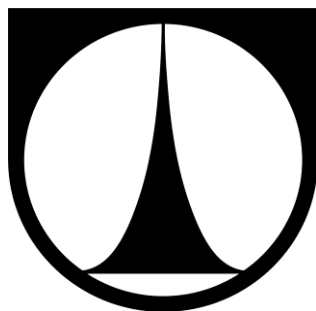


TECHNICKÁ UNIVERZITA V LIBERCI

Fakulta textilní



**CHARAKTERIZACE NANOVLÁKENNÝCH
ELEKTROSTATICKY ZVLÁKNĚNÝCH
KOMPOZITNÍCH MATERIÁLŮ S IN-SITU
INTEGROVANÝMI ČÁSTICEMI**

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

Liberec 2014

Radek Jirkovec



CHARAKTERIZACE NANOVLÁKENNÝCH ELEKTROSTATICKY ZVLÁKNĚNÝCH KOMPOZITNÍCH MATERIÁLŮ S IN-SITU INTEGROVANÝMI ČÁSTICEMI

Characterization of nanofibrous electrospun
composites with in-situ integrated particles

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

Studijní program: B3107 – Textil
Studijní obor: 3106R004 – Netkané textilie

Autor práce: **Radek Jirkovec**
Vedoucí práce: Ing. Eva Košťáková, Ph.D.



ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: **Radek Jirkovec**
Osobní číslo: **T11000186**
Studijní program: **B3107 Textil**
Studijní obor: **Netkané textilie**
Název tématu: **Charakterizace nanovlákných elektrostaticky zvlákněných kompozitních materiálů s in-situ integrovanými částicemi**
Zadávací katedra: **Katedra netkaných textilií a nanovlákných materiálů**

Z á s a d y p r o v y p r a c o v á n í :

1. Vypracujte literární rešerši týkající se dané problematiky
2. Navrhněte postup testování připravených kompozitních struktur polymerních nanovláken s integrovanými anorganickými částicemi do mezivlákných prostor in-situ
3. Proveďte vybraná testování zejména s ohledem na strukturní a užité charakteristiky daných materiálů s různým složením
4. Zhodnoťte a diskutujte výsledky a vyvoďte závěry včetně návrhů pro další výzkum a vývoj materiálů tohoto typu

Rozsah grafických prací:

Rozsah pracovní zprávy:

Forma zpracování bakalářské práce: **tištěná/elektronická**

Seznam odborné literatury:

1. **RENEKER, Darell H.** Polymeric nanofibers. 1. vyd. Washington, DC : American Chemical Society, 2006. 224 s. ISBN 978-0-84-123919-7
2. **CAMPBELL, Flake C.** Manufacturing Processes for Advanced Composites. 1. vyd. St. Louis, Missouri : Elsevier, 2003. 532 s. ISBN 978-1-85617-415-2

Vedoucí bakalářské práce:

Ing. Eva Košťáková, Ph.D.

Katedra netkaných textilií a nanovláknenných materiálů

Konzultant bakalářské práce:

Ing. Jiří Chvojka, Ph.D.

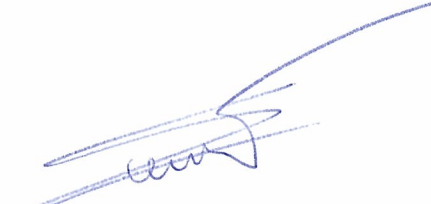
Katedra netkaných textilií a nanovláknenných materiálů

Datum zadání bakalářské práce: **17. září 2013**

Termín odevzdání bakalářské práce: **19. května 2014**


Ing. Jana Drašarová, Ph.D.
děkanka




prof. RNDr. David Lukáš, CSc.
vedoucí katedry

V Liberci dne 17. září 2013

PROHLÁŠENÍ

Byl jsem seznámen s tím, že na mou bakalářskou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb., o právu autorském, zejména § 60 – školní dílo.

Beru na vědomí, že Technická univerzita v Liberci (TUL) nezasahuje do mých autorských práv užitím mé bakalářské práce pro vnitřní potřebu TUL.

Užiji-li bakalářskou práci nebo poskytnu-li licenci k jejímu využití, jsem si vědom povinnosti informovat o této skutečnosti TUL; v tomto případě má TUL právo ode mne požadovat úhradu nákladů, které vynaložila na vytvoření díla, až do jejich skutečné výše.

Bakalářskou práci jsem vypracoval samostatně s použitím uvedené literatury a na základě konzultací s vedoucím mé bakalářské práce a konzultantem.

Současně čestně prohlašuji, že tištěná verze práce se shoduje s elektronickou verzí, vloženou do IS STAG.

Datum:

Podpis:

PODĚKOVÁNÍ

Rád bych poděkoval vedoucí mé bakalářské práce Doc. Ing. Evě Košťákové, Ph.D. za vedení, cenné rady a odborný dohled při zpracování této práce.

Děkuji také Ing. Jakubu Hrůzovi, Ph.D. za ochotné jednání, spolupráci a poskytnutí informací při měření na filtračním zařízení.

ANOTACE

Tato práce je zaměřena na charakterizaci kompozitních vrstev obsahující částice aktivního uhlí pro případné nahrazení současných aktivních ochran proti chemickým zbraním, které obsahují nedokonale rozložení absorbujících částic.

Cílem této bakalářské práce bylo provést charakteristiku elektrostaticky vyrobených nanovláknenných vzorků s integrovanými částicemi aktivního uhlí a posouzení zda je tímto způsobem možné nahradit současně používané ochrany proti chemickým zbraním. Bylo provedeno několik měření ke zjištění rozložení částic aktivního uhlí, zjištění průměru nanovláken, velikosti částic aktivního uhlí, zaplnění a velikosti pórů ve spunbond textili.

KLÍČOVÁ SLOVA:

Filtry, nanovláknena, aktivní uhlí, elektrostatické zvlákňování.

ANNOTATION

This work is focused on the characterization of the composite layers containing particles of activated carbon for possible replacement of current protection against chemical weapons, which include imperfect distribution of absorbing particles.

The objective of this work was to carry out the characteristics of electrospinning produced nanofiber samples with integrated activated carbon particles and an assessment of whether it is in this way possible to replace the currently used protection against chemical weapons. Several measurements were performed to determine the distribution of activated carbon particles, to determine the diameter of nanofibers, the particle size of activated carbon filling and pore size in the spunbonded fabric.

KEY WORDS:

Filters, nanofibers, activated carbon, electrospinning.

Obsah

1. Úvod	9
2. Teoretická část.....	10
2.1 Elektrostatické zvlákňování.....	10
2.2 Techniky elektrostatického zvlákňování	11
2.2.1 Jehlové zvlákňování	11
2.2.2 Bezjehlové zvlákňování	14
2.3 Parametry procesu	22
2.3.1 Parametry roztoku	22
2.3.2 Parametry procesu	25
2.4 Použití elektrostaticky zvlákněné nanovlákněné vrstvy k filtraci.....	26
2.4.1 Použití pro filtrování vody.....	27
2.4.2 Použití pro zachycení pevných částic.....	27
2.4.3 Použití pro zachycení plynných částic	29
2.5 Ochranné obleky proti chemickým zbraním.....	31
3. Praktická část.....	33
3.1 Navržení vlastního měření.....	33
3.2 Výroba vzorků	33
3.3 Testování vzorků.....	35
3.3.1 Měření průměru vláken	36
3.3.2 Rozložení částic aktivního uhlí.....	38
3.3.3 Měření plochy aktivního uhlí.....	45
3.3.4 Měření zaplnění	46
3.3.5 Měření úbytku hmotnosti	53
Diskuse výsledků	56
Závěr.....	58
Použitá literatura:	59

Seznam obrázků	64
Seznam tabulek	66
Seznam příloh	66

1. Úvod

Cílem této bakalářské práce je otestovat vyrobené vzorky obsahující sorbent aktivní uhlí v nosné nanovlákněné vrstvě zhotovené pomocí elektrostatického zvlákňování a jejich zhodnocení rovnoměrnosti, struktury vláken a částic aktivního uhlí, aby bylo možné jimi nahradit aktivní část v ochranných oděvech, která má za úkol na svůj povrch zachytit chemické zbraně.

V teoretické části se tato bakalářská práce zabývá druhy elektrostatického zvlákňování a parametry procesu, které ovlivňují samotný proces zvlákňování. Dále popisuje nanovlákněné filtry které jsou schopny zachytit různé druhy nečistot. V poslední řadě se teoretická část zabývá oděvy proti chemickým zbraním a to z jakých vrstev jsou složeny a jakými způsoby je lze vyrábět.

V praktické části se tato bakalářská práce zabývá charakterizací vzorků pomocí několika sérií měření a pozorování pro zjištění požadovaných údajů. První měření se týkala měření průměrů vláken ze vzorků s částicemi aktivního uhlí a jejich zhodnocení a porovnání s průměry vláken ze vzorků, u kterých nebylo nanášeno aktivní uhlí. Druhé měření bylo provedeno za účelem zjištění rozložení částic aktivního uhlí. Třetí měření se zabývalo velikostí částic aktivního uhlí. Poslední měření pro charakteristiku vzorků se zabývalo měřením zaplnění částicemi aktivního uhlí.

V neposlední řadě zkoumá, zda je vhodné vyrobené vrstvy použít z dlouhodobého hlediska pomocí měření na filtračním zařízení.

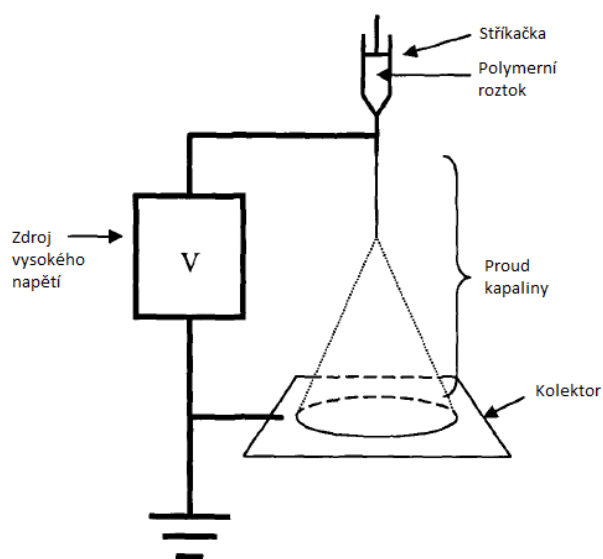
2. Teoretická část

2.1 Elektrostatické zvlákňování

Polymerní nanovlákná reprezentují nejnovější vývoj ve výrobě, charakterizaci a jejich rozvíjející se využití pro různé účely. Přestože je obtížné vyrobit polymerních vlákna v laboratoři, elektrostatický proces toto značně usnadňuje. Elektrostatický proces a elektrohydrodynamický proces pro výrobu tenkých polymerních vláken s průměry v rozsahu od jednoho nanometru do několika tisíc nanometrů, je jednoduchý a nákladově efektivní. [1]

Proces byl patentován Formhalsem v roce 1934, ve kterém bylo uvedeno experimentální zařízení pro výrobu polymerních vláken za použití elektrostatické síly. Tento způsob zvlákňování se nazývá jako elektrostatické. Jinými slovy, elektrostatické zvlákňování je proces, který vytváří nanovlákná pomocí elektrického náboje z polymerního roztoku nebo taveniny polymeru.

Elektrostatický proces zvlákňování, se ve své nejjednodušší formě skládala ze stříkačky, která dává roztoku polymeru, dvou elektrod a zdroje napětí direct current (DC) v rozsahu kilovoltů (kV), jak je znázorněno na obrázku 2.1. Polymer je tažen od špičky stříkačky a je zpracován do vlákna v důsledku vysokého napětí. Elektricky nabitý proud způsobí, že vlákna jsou odtahována ve smyčce, přičemž se zmenší jejich průměr. Vlákna se kladou jako pavučina na povrch uzemněného cíle.



Obr. 2.1 Schéma procesu elektrostatického zvlákňování. Převzato z [2]

V elektrostatickém zvlákňování, je přivedeno vysoké napětí na polymerní kapalinu tak, že náboj je indukován uvnitř kapaliny. Když náboj uvnitř kapaliny dosáhne kritického množství, proud kapaliny vyrazí z kapky na špičce jehly, což vede k vytvoření Taylorova kužele. Tryska je tažena k místu s nejnižším potenciálem, kterým je ve většině případů uzemněný kolektor. [2]

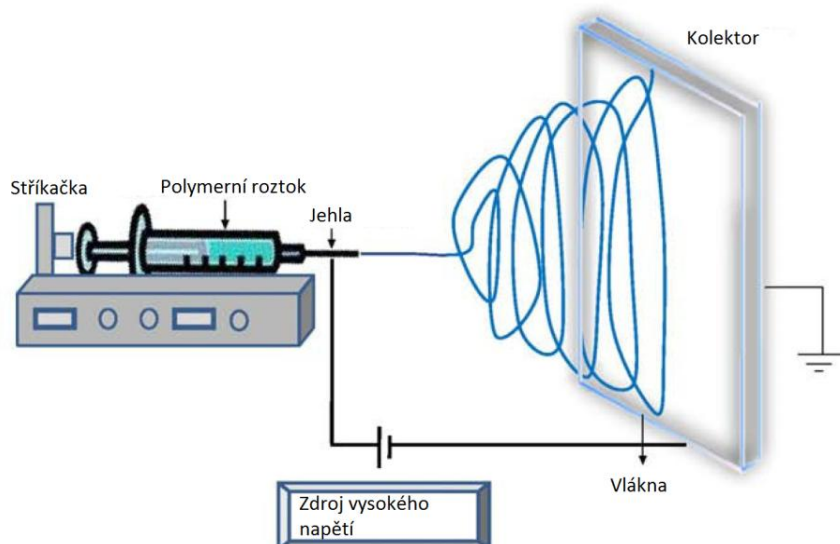
2.2 Techniky elektrostatického zvlákňování

Pro výrobu nanovláken se využívá více druhů elektrostatické zvlákňování. Elektrostatické zvlákňování můžeme rozdělit na jehlové a bezjehlové.

2.2.1 Jehlové zvlákňování

2.2.1.1 Zvlákňování pomocí jedné jehly

Elektrostatické zvlákňování zahrnuje použití vysokého napětí (obvykle od 5 do 30 kV), aplikované na jehlu injekční stříkačky, která je naplněná polymerním roztokem, jak je znázorněno na obrázku 2.2.1.1. Roztok se čerpá pomocí injekční stříkačky při konstantní rychlosti a tvoří kapky na konci jehly. Když je překonáno povrchové napětí, vytryskne proud, který se pohybuje směrem ke kovovému kolektoru, který je obvykle uzemněn. Uložení takto vyrobených nanovláken je velice nahodilé.



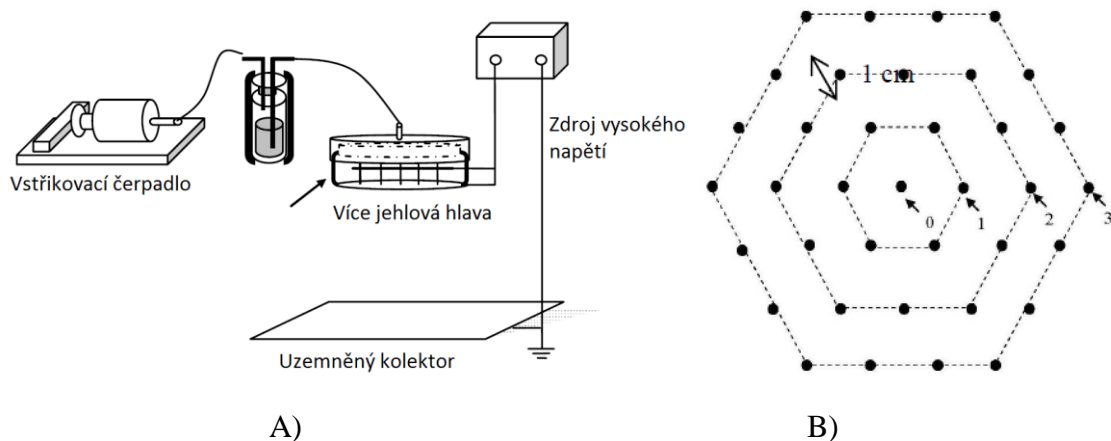
Obr. 2.2.1.1 Schéma elektrostatického zvlákňování pomocí jehly. [3]

Tvorba nanovláken je způsobena hlavně odpudivou silou mezi náboji ústící ve vysoké protažení polymerního proudu. Proud nejprve teče rovně, při cestě ke kolektoru, se pak vyskytují různé nestability. Proud je dlužen pomocí ohýbání a bičování způsobené elektrostatickým odporem ústící v malé ohyby ve vlákne, až se nakonec usadí na kolektoru. Dloužení a zjemnění vláken v důsledku bičování vede k vytvoření jednotných vláken. Pohyb proudu ve spirále podstatně zvyšuje cestu mezi jehlou a kolektorem, což vede k výraznému dlužení. [3]

2.2.1.2 Více jehlové zvlákňování

Tento systém elektrostatického zvlákňování využívá ke zvlákňování systém více jehel, které jsou uloženy ve zvlákňovací hlavě, viz obrázek 2.2.1.2 A. Zvlákňování pomocí více jehel je pohodlný způsob, jak vyrábět vlákna se speciálními konstrukcemi, jako je například jádro - plášť vysokou produkční rychlostí. Ve zvlákňovací hlavě jsou jehly rozmístěny do rovnostranných šestihranů, jak je znázorněno na obrázku 2.2.1.2 B.

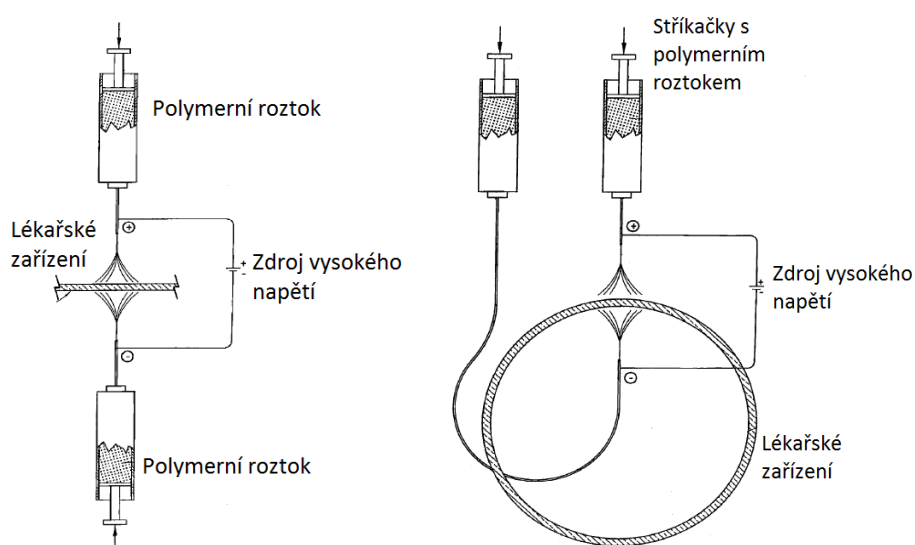
K vytvoření jednotného elektrického pole v blízkosti špiček jehel a omezení sběrného prostoru byl použit koaxiální štít. Výsledky simulace rovněž ukazují, že vnější jehly mohou pomoci k vytvoření jednotnějšího elektrického pole blízko vnitřních špiček jehel a omezit tím cestu vnitřních trysek, které pracují téměř stejně jako dodatečný štít. Výsledky ukázaly, že při použití více jehlového zvlákňování je možné vytvořit silná jednotná nanovlákna. [4]



Obr. 2.2.1.2 A) Schéma více jehlového zvlákňování. B) Vytvořené šestihrany z urovnaných zvlákňovacích jehel. [4]

2.2.1.3 Od jehly k jehle

Způsob zvlákňování od jehly k jehle se týká způsobu a zařízení pro potahování lékařského zařízení. Způsob zahrnuje elektrostatické zařízení za alespoň jednoho zvlákňování na povrchu a na opačné straně. Přístroj se skládá ze dvou zvlákňovacích jehel. Zdroj energie je napojen na první i druhou jehlu. Obě jehly obsahují zásobník a otvor pro dávkování kapaliny. První zvlákňovací otvor je v podstatě umístěn naproti druhému zvlákňovacímu otvoru viz obrázek 2.2.1.3.



Obr. 2.2.1.3 Elektrostatické zvlákňování od jehly k jehle. [5]

Vyrobený stent může být použit například k tomu, aby se zabránilo ucpání cév, nebo pro udržení pozice štěpu sloužící k opravě tkáně nebo nemoci v těle.

Při používání ovšem může dojít k poškození, což může vést k zánětům, trombózám a stenózám. Pro zmírnění nežádoucích vedlejších účinků, například tvorby trombózy a stenózy, mohou být vyrobené prostředky upraveny na biologické prostředí, ve kterém jsou používány. V souladu s tím vyrobené prostředky mohou být potaženy biokompatibilní materiály. [5]

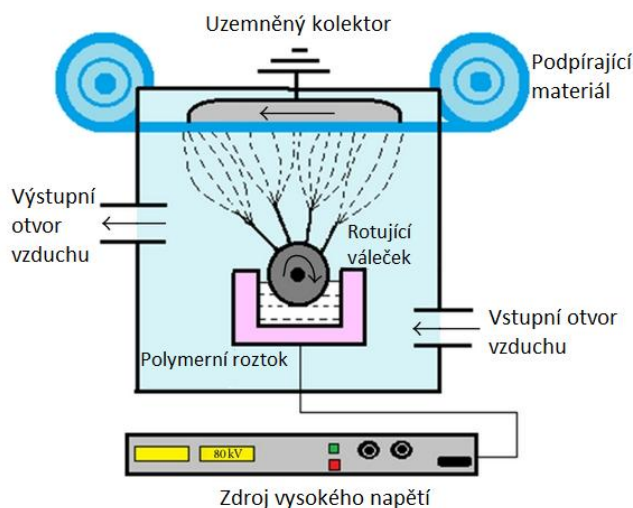
Existují i další druhy jehlového zvlákňování, které zde nejsou popsány. Pro více druhů jehlového elektrostatického zvlákňování doporučuji literaturu *An Introduction to Electrospinning and Nanofibers* od Ramakrishna S.

2.2.2 Bezjehlové zvlákňování

2.2.2.1 Zvlákňování pomocí hladkého válečku

Válečkové zvlákňování je univerzální způsob, jak vyrábět nepřetržitě nanovláknennou vrstvu. Nanovláknna, vyráběná válečkovým způsobem, znázorněno na obrázku 2.2.2.1, poskytují nové vlastnosti, které jsou předmětem zájmu pro aplikace, jako je filtrace, tkáňové inženýrství, zvukově absorpční materiály, apod. [6]

Technologie válečkového zvlákňování (známá jako Nanospider™) je založena na zvlákňování z volné hladiny roztoku polymeru v elektrickém poli. Tato technologie je založena na objevu, že je možné vytvořit Taylorův kužel a následný tok materiálu a to nejen od špičky kapiláry, ale také z tenké vrstvy polymerního roztoku. Technologie Nanospider™ umožňuje výrobu nanovláken z polymerů rozpuštěných ve vodě, kyselinách nebo v bipolárních rozpouštědlech a dalších, stejně jako z roztavených polymerů a je vhodný pro výrobu organických a anorganických vláken. Tato univerzální technologie lze snadno přizpůsobit pro různé procesní parametry a tím i pro optimalizaci vlastností vyráběných nanovláken. [7]

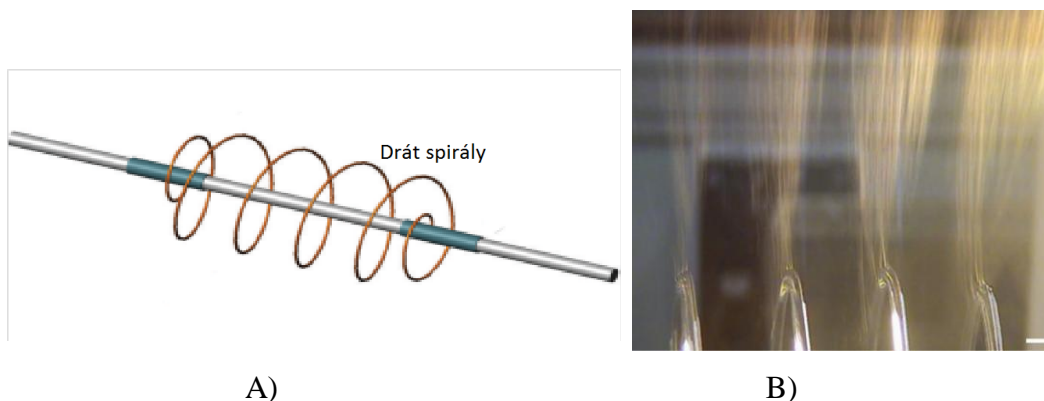


Obr. 2.2.2.1 Válečkové zvlákňování. [8]

2.2.2.2 Zvlákňování pomocí spirály

Zvlákňování pomocí spirály je bezjehlové elektrostatické zvlákňování, které místo válečku využívá drát ve spirále, jako zvlákňovací zařízení viz obrázek 2.2.2.2. Proces zvlákňování závisí na rozměrech spirály např. na její délce, průměru či na

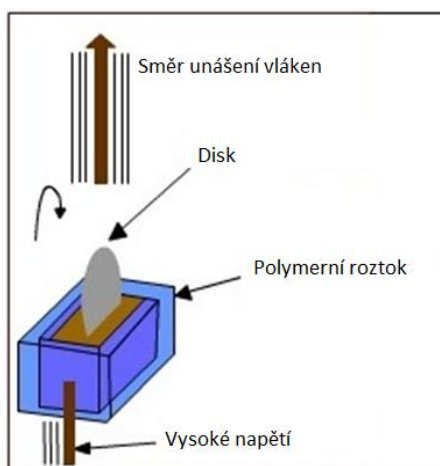
průměru drátu. Dále závisí na provozních parametrech jako např. aplikované napětí a zvlákňovací vzdálenosti. Tyto závislosti ovlivňují produktivitu a průměr nanovláken. Bylo zjištěno, že rozměr spirály má značný vliv na rychlost výroby nanovláken, ale menší vliv na průměr vlákna. Rychlost výroby vláken se zvyšuje s rostoucí délkou spirály, nebo s průměrem spirály. V porovnání s konvenčním jehlovým zvlákňováním, dokáže zvlákňování pomocí spirály vyrobit jemnější vlákna. [9]



Obr. 2.2.2.2 Zvlákňování pomocí spirály. Na obrázku A je znázorněn drát stočen do spirály, na obrázku B je zachyceno zvlákňování pomocí spirály. [9]

2.2.2.3 Zvlákňování pomocí disku

Elektrostatické zvlákňování zahrnuje použití vysokého napětí pro zvlákňování z polymerního roztoku za použití disku místo válečku viz obrázek 2.2.2.3. Bylo zjištěno, že pokud se používají ostré povrchy, jako je třeba hrana disku, vede to k vyšší intenzitě elektrického pole a dosáhlo se tím lepšího výkonu při zvlákňování. Zkoumání vedlo k zjištění, že hliníkový disk s menším průměrem byl schopen získat jemnější vlákna ve srovnání s železným diskem a větším průměrem. [10, 11]



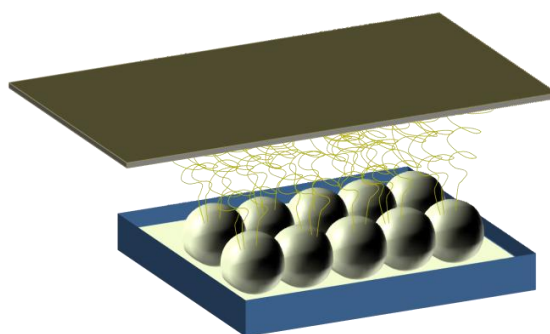
Obr. 2.2.2.3 Schéma elektrostatického zvlákňování pomocí disku. [10]

2.2.2.4 Zvlákňování pomocí koule

Zvlákňování pomocí koule je bezjehlový elektrostatický proces, který je založen na principu vytvoření polymerních trysek na povrchu elektricky nabité koule viz obrázek 2.2.2.4 A. Elektrostatické zvlákňování pomocí koule je v porovnání s jehlovým zvlákňováním nová technologie, která byla patentována v roce 2011. Při porovnání obou procesů bylo zjištěno, že nanovlákná z obou procesů se zdají být vzájemně zaměnitelné, pouze s drobnými rozdíly v průměrech vláken a jejich morfologii. Avšak zvlákňování pomocí koule je ve srovnání s jehlovým zvlákňováním mnohem produktivnější. Pro další zvýšení produktivity lze do polymerního roztoku vložit více koulí viz obrázek 2.2.2.4 B. [12, 13]



A)

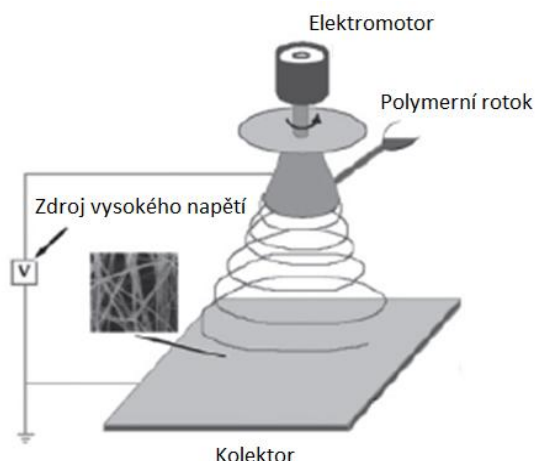


B)

Obr. 2.2.2.4 A) Fotografie zachyceného zvlákňování z elektricky nabité koule. [12] B) Použití více koulí ke zvýšení výrobnosti. [13]

2.2.2.5 Zvlákňování pomocí rotujícího kuželu

Pro elektrostatické zvlákňování byl v tomto případě využit rotující kužel. Proces využívá k dávkování polymerního roztoku na rotující kužel skleněnou trubku, jak je na obrázku 2.2.2.5, k tomu aby bylo zajištěno kontinuální zvlákňování. Výrobnost tohoto procesu je v porovnání s klasickým jehlovým zvlákňováním 1000 krát větší. Morfologie vyrobených nanovláken pomocí kužele byla téměř stejná, jako u vláken, které byly vyrobeny jehlovým zvlákňováním. [14]

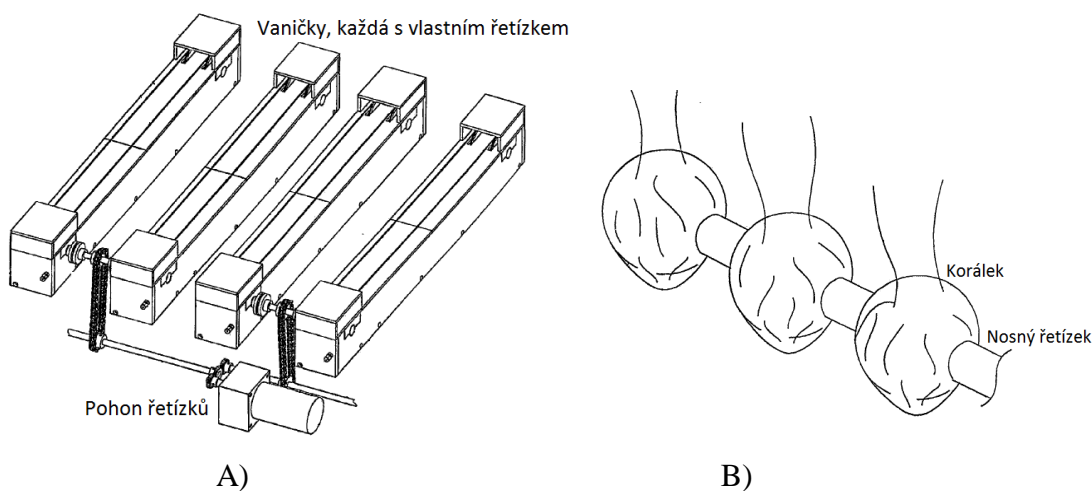


Obr. 2.2.2.5 Schéma elektrostatického zvlákňování pomocí rotujícího kužele. [14]

2.2.2.6 Zvlákňování pomocí řetízku s korálky

Toto zvlákňování bylo vyvinuto pro výrobu nanovláken o průměru méně než 100 nanometrů. Zařízení je pro větší výrobnost sestaveno z více vaniček s polymerním roztokem, kde každá vanička má vlastní řetízek viz obrázek 2.2.2.6 A. Na obrázku 2.2.2.6 B je znázorněn detail řetízku s korálky.

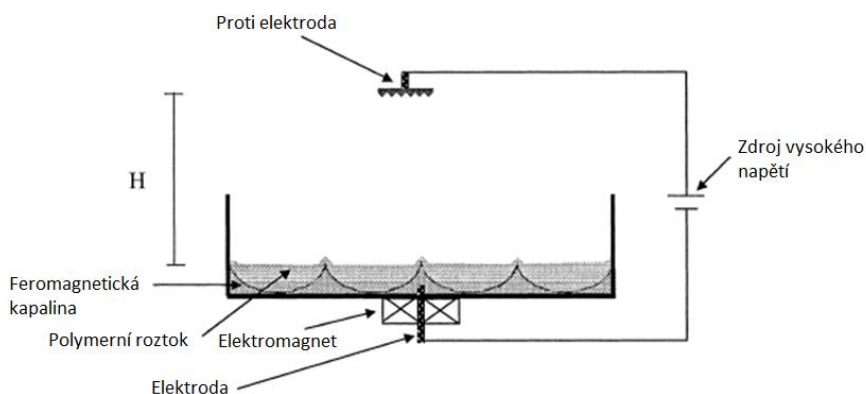
Tato metoda je díky výrobě jemných vláken používána hlavně pro filtrační aplikace, kde se kombinují s prodyšnými vrstvami. Tato kombinace vrstev má účinnost v zachycení částic o velikosti 0,75 – 1,00 micrometru nejméně 90%, a to při poklesu tlaku o méně než 15%. [15]



Obr. 2.2.2.6 A) Vaničky, každá s vlastním řetízem. B) Detail řetízku s korálky. [15]

2.2.2.7 Zvlákňování pomocí feromagnetické kapaliny

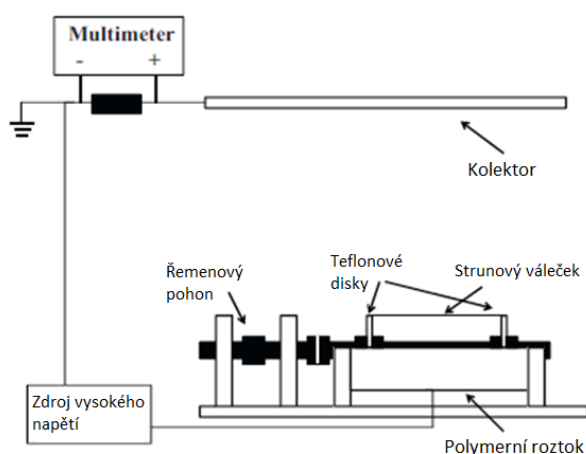
Systém zvlákňování pomocí feromagnetické kapaliny je dvouvrstvý. Spodní vrstva je feromagnetická suspenze a horní vrstva je polymerní roztok viz obrázek 2.2.2.7, podléhající magnetickému poli, které zajišťuje permanentní magnet nebo cívka. V důsledku toho, se vytvoří stabilní vertikální hroty magnetické suspenze, které rozruší povrch polymerní vrstvy. V případě, že je aplikováno i elektrické pole, se z rozrušené polymerní vrstvy začíná zvlákňovat směrem vzhůru. Elektrifikované trysky procházející silným elektrickým polem jsou roztahovány a ohýbány, rozpouštědlo je odpařeno a zpevněná nanovláknna se ukládají na horní proti-elektrodu, jako v běžném elektrostatickém procesu. [16]



Obr. 2.2.2.7 Vanička s feromagnetickou kapalinou a polymerním roztokem. [16]

2.2.2.8 Zvlákňování pomocí strunového válečku

Elektrostatické tryskání kapaliny z volného povrchu nabízí alternativu k běžným zvlákňováním, při kterých se zvlákňuje ze zvlákňovacích trysek. Tento systém využívá strunový váleček, který se otáčí v lázni obsahující polymerní roztok a zároveň je v kontaktu s vysokým napětím, jak je znázorněno na obrázku 2.2.2.8, což vede ke strhávání kapaliny a k tvorbě kapiček kapaliny na drátu, které vyústí k tryskání z každé tekuté kapky. Nejvyšší produktivity se dosáhne pomocí použití vysokých potenciálů a vysoké rychlosti otáčení. [17]



Obr. 2.2.2.8 Schéma zvlákňování pomocí strunového válečku. [17]

2.2.2.9 Zvlákňování pomocí bublin

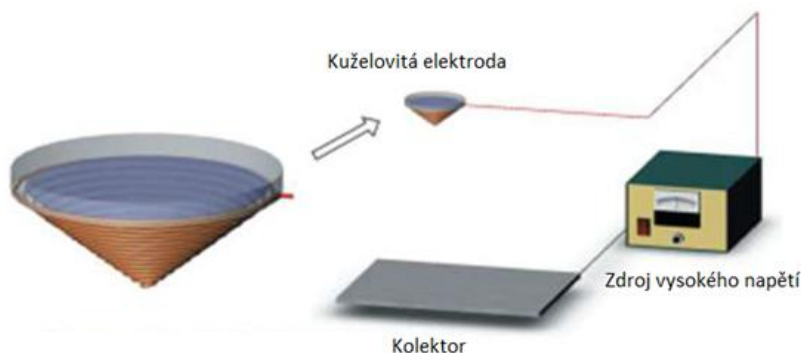
Bubliny byly získány na volném povrchu pomocí provzdušnění polymerního roztoku. Část vyčnívající z bubliny je částečně kulovitého nebo kuželovitého tvaru a připomíná Taylorův kužel v tradičním elektrostatickém procesu. Roztok byl nabitý pomocí silného elektrostatického pole. Výtrysk proudu z bubliny, tak jak na obrázku 2.2.2.9, nastane v tom případě, když napětí je vyšší než prahová hodnota. Počet trysek významně souvisí s počtem a velikostí bublin, a velikostí aplikovaného napětí. Předpoklad pro zvýšení výrobnosti je dosažení co největšího počtu trysek v bublině. Obecně platí, že počet a velikost bublin závisí na tlaku plynu a na vlastnostech roztoku (jako je povrchové napětí, viskozita), které lze upravit. [18]



Obr. 2.2.2.9 Zachycený výtrysk několika trysek z bubliny. [19]

2.2.2.10 Zvlákňování pomocí kuželovité elektrody

Kuželová elektroda při elektrostatickém zvlákňování, může podle Wanga pracovat až do 70 kV, aniž by docházelo k výboji. Na obrázku 2.2.2.10 je polymerní roztok držen na drátech elektrody bez použití jakéhokoliv kanálu. Vzhledem k velkému povrchovému napětí a viskoelasticitě, se roztok polymeru udrží uvnitř drátu kužele. Při vysokém elektrickém napětí, které je aplikováno na dráty elektrody cívky, se roztok natáhne z povrchu drátů a vyplní mezery mezi dráty. Bez použití vytyčených kanálů, tryska může vzniknout kdekoliv. Ve srovnání s jehlovým zvlákňováním, má kuželovitá elektroda výrazně větší výrobnost a lze díky ní vyrábět nanovlákná s menším průměrem. [14]



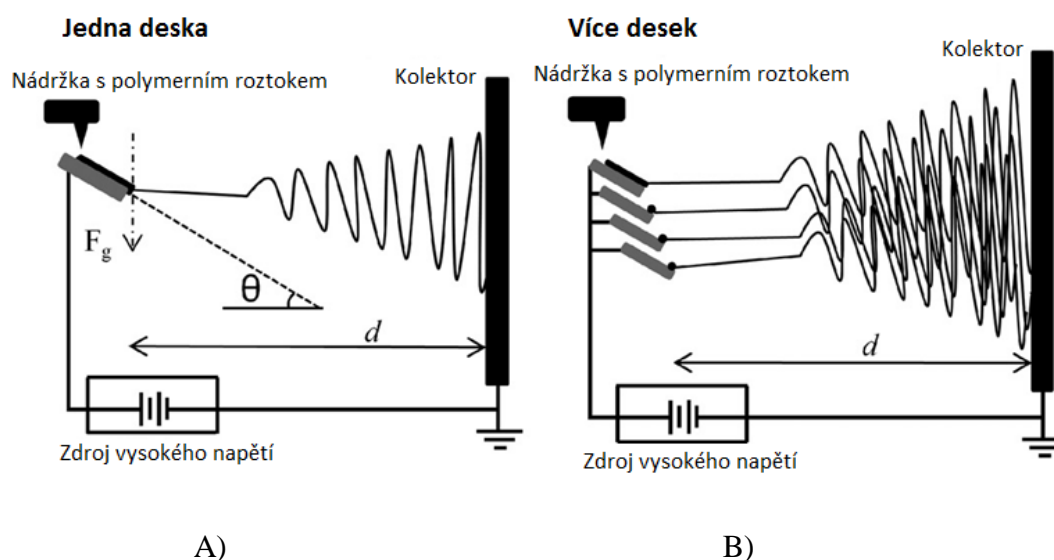
Obr. 2.2.2.10 Kuželovitá elektroda s polymerním roztokem. [14]

2.2.2.11 Zvlákňování pomocí nakloněné desky

Elektrostatické zvlákňování pomocí nakloněné desky je určeno k výrobě vysoce kvalitních nanovláken z polymerních kapalin. Kritickým parametrem pro úspěšné zahájení zvlákňování, je gradient elektrického pole, ne jen amplituda elektrického pole. Při použití pouze jedné desky, jak je znázorněno na obrázku 2.2.2.11 A, je rychlost

výroby stejná nebo vyšší než u jehlového zvlákňování, vyrobená nanovlákná jsou podobných parametrů. Kromě toho, tento typ konfigurace funguje, aniž by mohlo dojít k ucpání jako u jehlového zvlákňování.

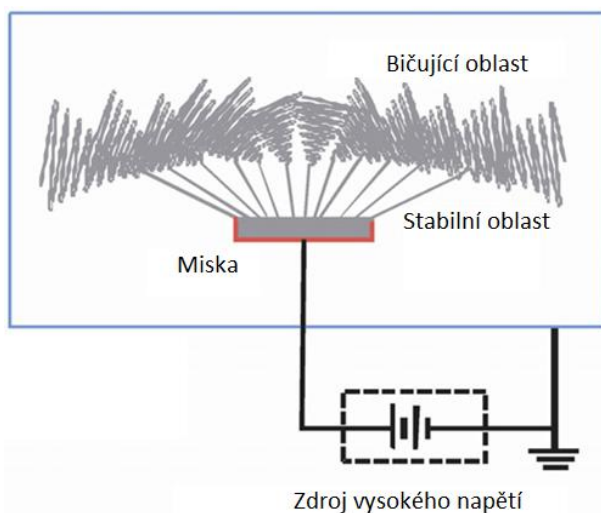
V obou konfiguracích, jak u jedné nakloněné desky, tak i u více nakloněných desek, viz obrázek 2.2.2.11 B, pomáhá toku polymeru gravitace, v závislosti na úhlu, pod kterým jsou desky uloženy, objemu roztoku v zásobníku, a velikost otvoru pipety. Úhel, pod kterým jsou desky uloženy, se většinou pohybuje od 20° do 70° . Nejprůzračnější úhel desek pro výrobu vláken je zhruba 40° . [20]



Obr. 2.2.2.11 A) Zvlákňování pomocí jedné nakloněné desky. B) Zvlákňování pomocí více nakloněných desek. [20]

2.2.2.12 Zvlákňování pomocí misky s roztokem

Zvlákňování probíhá z okraje misky a je zobrazeno na obrázku 2.2.2.12. Zvlákňování využívá nádobu naplněnou roztokem polymeru a válcový kolektor. Díky vysokému napětí, se trysky spontánně tvoří přímo na povrchu kapaliny a přesunou se k obvodu misky, kde udržují přibližně stejný rozestup mezi sebou. Nanovlákná vyráběná pomocí elektrostatického zvlákňování z misky mají identickou kvalitu jako ta vyrobená pomocí jehlového elektrostatického zvlákňování, za zvýšení výrobnosti v důsledku přítomnosti více trysek. [21]



Obr. 2.2.2.12 Zvlákňování z misky. [21]

2.3 Parametry procesu

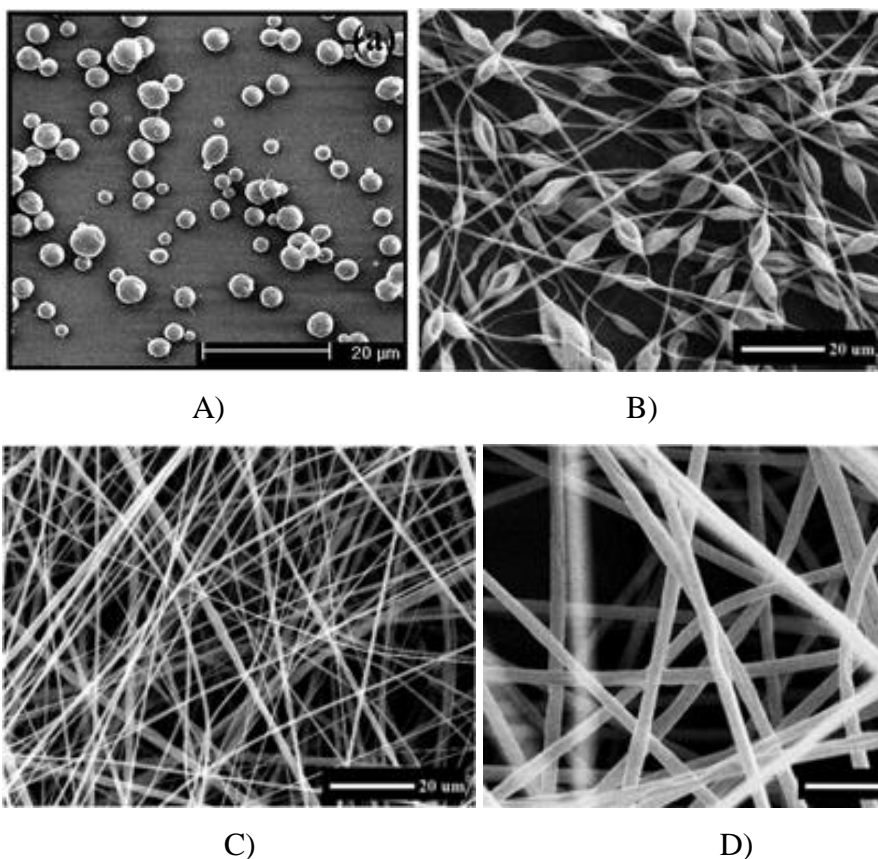
Parametry elektrostatické zvlákňování jsou velmi důležité, neboť ovlivňují výslednou morfologii vyrobených vláken. Parametry procesu můžeme rozdělit na:

2.3.1 Parametry roztoku

2.3.1.1 Koncentrace

Koncentrace roztoku polymeru hraje důležitou roli ve formování vláken během elektrostatického zvlákňování. Koncentraci roztoku můžeme rozdělit do čtyř částí a to od nízké až po vysokou.

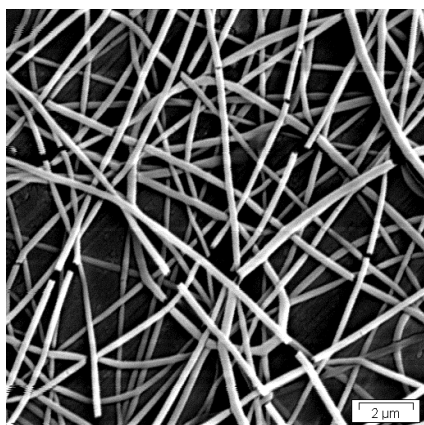
1. Pokud je koncentrace velmi nízká, nedochází k elektrostatickému zvlákňování, místo toho dochází k elektrosprejování kvůli relativně nízké viskozitě a relativně vysokému povrchovému napětí roztoku (obr. 2.3.1.1 A).
2. Je-li koncentrace o malé množství zvýšena, získá se směs kuliček a vláken (obr. 2.3.1.1 B).
3. Je-li koncentrace optimální, můžeme vytvořit nanovlákná (obr. 2.3.1.1 C).
4. Pokud je koncentrace velmi vysoká, netvoří se nanovlákná, místo toho se vytváří vlákna o větším průměru, jež jsou mikrovlákná (obr. 2.3.1.1 D). [22-24]



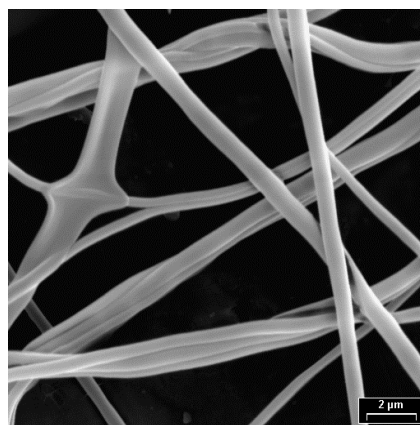
Obr. 2.3.1.1 A) Elektrosprejování [22], B) Směs kuliček a vláken, C) Nanovlákná, D) Mikrovlákná [23]

2.3.1.2 Molekulová hmotnost

Molekulová hmotnost (M_w) polymeru má významný vliv na morfologii elektrostaticky zvlákněných vláken. V zásadě, molekulová hmotnost odpovídá zapletení polymerních řetězců v roztoku. Důležité je udržovat stálou koncentraci, se snížením molekulové hmotnosti polymeru vytvoříme vlákna s menším průměrem (obr. 2.3.1.2 A), při zvýšení molekulové hmotnosti vytvoříme vlákna s větším průměrem (obr. 2.3.1.2 B). [22, 25]



A)



B)

Obr. 2.3.1.2 Porovnání polyvinylalkoholu o konstantní koncentraci 9hm%. A) Vlákná s M_w 50000-85000 g/mol. B) Vlákná s M_w 124000-1860000 g/mol. [25]

2.3.1.3 Viskozita

Viskozita je rozhodující klíč pro určení morfologie vláken. Bylo prokázáno, že kontinuální a hladká vlákna není možné získat z velmi nízké viskozity, zatímco velmi vysoká viskozita vede k obtížnému vytlačení roztoku z trysek, proto je důležitý požadavek na optimální viskozitu pro elektrostatické zvlákňování. [22, 26]

Viskozita je ovlivněna koncentrací a molekulovou hmotností a jejich vliv na elektrostatické zvlákňování je popsán v kapitolách 2.3.1.1 a 2.3.1.2.

2.3.1.4 Povrchové napětí

Povrchové napětí, jako funkce rozpouštědla, je velmi důležitým faktorem pro elektrostatické zvlákňování. Bylo zjištěno, že různá rozpouštědla mohou přispívat k různému povrchovému napětí. Například přidáním etanolu do vodného roztoku polyethylenoxidu (PEO) a do polyvinylalkoholu (PVA) lze snížit povrchové napětí. V případě PEO, roztok obsahující ethanol vykazoval menší počet korálků. Nicméně přidáním ethanolu do roztoku PVA, se počet korálků zvýšil. Při ustálené koncentraci se snižuje povrchové napětí roztoku, korálky při tom mohou být převedeny do vláken. [22, 27]

2.3.2 Parametry procesu

Procesní parametry v této práci se zaměřily na elektrostatické zvlákňování pomocí jehly.

2.3.2.1 Elektrické napětí

V elektrostatickém procesu je přivedené elektrické napětí klíčovým faktorem. K zahájení elektrostatického zvlákňování je důležité elektrického napětí vyšší než prahové napětí, které zajistí vytrysknutí a vznik Taylorova kužele. [22]

U jehlového elektrostatického zvlákňování bylo změřeno, že délka vláken a jejich průměr se snižuje s rostoucím napětím. Zároveň při rostoucím napětí se zvyšuje rovnoměrnost vytvořených vláken. Analýza ukázala, že průměr vláken a jejich rovnoměrnost se mění už při napětí 10kV a 15kV. [28]

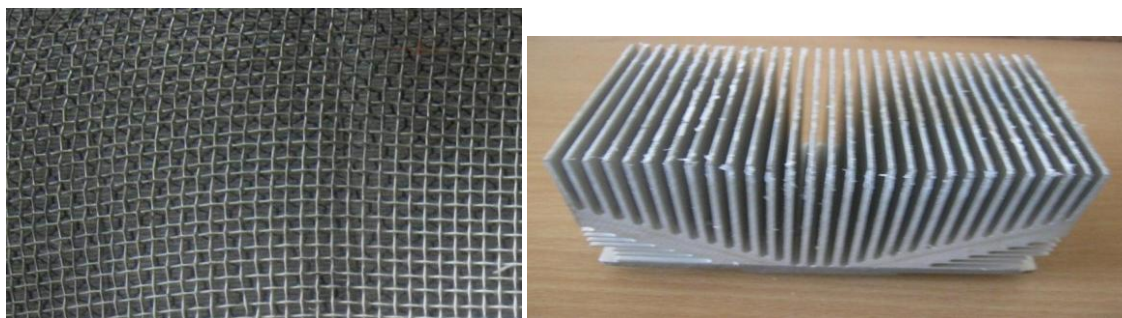
2.3.2.2 Průtok

Průtok roztoku polymeru v injekční stříkačce, je dalším důležitým parametrem procesu. Obecně je doporučováno zvolit nižší průtok polymerního roztoku z důvodu, aby mohlo dojít k polarizaci. [22]

Obecně lze říci, že nižší průtok přinese vlákna s menšími průměry. Průtoky, které byly příliš vysoké, vyústily v korálkování, protože vlákna neměla šanci vyschnout před dosažením kolektoru. [27]

2.3.2.3 Kolektor

Během elektrostatického zvlákňování slouží kolektory jako vodivý substrát pro sbírání nabitých vláken. Kolektor je uzemněn za vytvoření stabilního potenciálního rozdílu mezi jehlou a kolektorem. Obecně platí, že i alobalová fólie dokáže sloužit jako kolektor, ovšem je obtížné přesunout získaná nanovlákna k jiným aplikacím. S potřebou přesunu vláken, byly vyvinuty různé kolektory včetně drátěného pletiva na obrázku 2.3.2.3 A, kolíku, roštu, paralelní nebo mřížkované lišty, na obrázku 2.3.2.3 B, rotující tyče nebo kola, tekuté lázně, a další. Druh kolektoru ovlivňuje průměr a rovnoměrnost rozdělení. [22, 29]



A)

B)

Obr. 2.3.2.3 Druhy kolektorů. A) Kolektor z drátěného pletiva. B) Kolektor z lišt. [29]

2.3.2.4 Vzdálenost mezi kolektorem a hrotem jehly

Bylo prokázáno, že vzdálenost mezi kolektorem a hrotem jehly může mít vliv na průměr a morfologii vláken. Stručně řečeno, v případě, že vzdálenost je příliš krátká, vlákno nebude mít dostatek času, aby ztuhlo před dosažením kolektoru, zatímco v případě, že vzdálenost bude příliš dlouhá, získáme vlákno s korálky.

Druh materiálu vybraný pro uzemněný kolektor určuje stupeň povrchové náboje vzniklý během procesu elektrostatického zvlákňování. Bylo prokázáno, že ukládání vláken během elektrostatického zvlákňování je nepřímo úměrné k hromadění náboje na povrchu kolektoru. Účinek změny vzdálenosti je téměř stejný jako při zvýšení napětí. Menší vzdálenosti mezi hrotem a kolektorem, mají za následek vytvoření vláken s větším průměrem, kdežto při větší vzdálenosti mezi hrotem a kolektorem jsou vytvořena vlákna s menším průměrem. [22, 30]

2.4 Použití elektrostaticky zvlákněné nanovlákněné vrstvy k filtraci

Polymerní nanovlákna se používají pro celou řadu aplikací. Tato bakalářská práce je zaměřena na filtraci, proto bude dále rozebrána pouze tato aplikace.

Filtrační proces lze teoreticky rozdělit do dvou fází. První fáze se nazývá stabilní fáze, během této fáze zůstává účinnost filtrace a odolnost filtru beze změn s časem. Druhá fáze se nazývá nestabilní fáze, v této fázi je účinnost filtrace a odolnost nezávislá na vlastnostech částic a změní se až s uložením částic.

Při porovnání účinnosti filtrace meltblown vrstvy a spunbond vrstvy oproti elektrostaticky získaným nanovláknům bylo zjištěno, že účinnosti filtrace meltblown

vrstvy oproti nanovláknům byla 30%, a účinnost filtrace u spunbond vrstvy oproti nanovláknům byla pouze 6%. [31]

2.4.1 Použití pro filtrování vody

Díky svým unikátním vlastnostem, mají nanovlákná největší potenciál v oblasti kapalinové filtrace a jsou nadějí pro miliony lidí, kteří nemají přístup k pitné vodě. Největší výhoda nanovlákených filtrů spočívá v jejich schopnosti odstranit nežádoucí částice a prvky z vody (a jiných kapalin) při nízkých nákladech, přičemž největší úspora je za elektřinu.

Nanovláknenné membrány mohou být také použity pro filtrování nápojů, např. balené vody, piva, vína, ovocných a zeleninových šťáv, a zejména filtrování a zahušťování mléka. Tyto membrány mohou odstranit nežádoucí mikroorganismy, které by mohly snížit životnost nebo mít nepříznivý účinek na zdraví. Mohou také odstranit látky, které mění vzhled tekutin (barvy, organické a anorganické sloučeniny) nebo jejich chuť (kovy, nežádoucí aromatické sloučeniny). [32]

Nanočástice (tedy i nanovlákná) mají velký potenciál, který může být použit při čištění odpadních vod. Jejich jedinečná charakteristika s vysokou povrchovou plochou lze použít efektivně pro odstranění toxických iontů kovů, nemoci způsobujících mikroorganismů, organických a anorganických rozpuštěných látek z vody. [33]

V poslední době, se pro filtraci vody používají následující membrány z uhlíkových nanotubic a kovových nanočástic. Na druhé straně, je využívána adsorpce, která patří mezi účinné, efektivní a ekonomické způsoby k odstranění nečistot z vody. Mezi efektivní adsorbenty patří aktivní uhlí, jílové a křemičité minerály, zeolity a oxidy kovů. Pro rozklad organických látek ve vodě, jakož i dezinfekce vody slouží UV světlo za použití oxidu titaničitého. [34]

2.4.2 Použití pro zachycení pevných částic

Nanovlákná mohou zlepšit výkon filtračního média k odstranění částic od proudu vzduchu. Toto zlepšení lze vidět třeba v sání proudu vzduchu u vozidel, ventilace počítačových disků. V případě, že se nanovláknenná vrstva použije pro pylový filtr, odstraněním částic se zlepšuje komfort a zdraví cestujících. Nanovlákná nabízejí

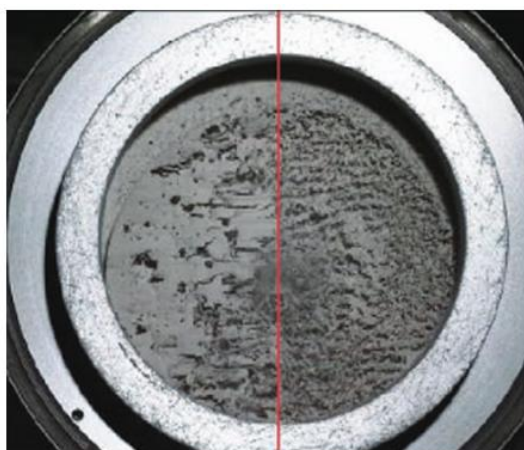
lepší filtrační výkon v mobilních i stacionárních motorech a i v průmyslových aplikacích, u těchto aplikací se používá podobný filtr, jako je znázorněn na obrázku 2.4.2.1.



Obr. 2.4.2.1 Prachový filtr s použitím nanovláken. [35]

Pokud jde o filtry u motorů, plynových turbín a spalovacích pecí, je důležité odstranit částicový materiál z přívodu proudu vzduchu, který může způsobit velké škody vnitřním součástkám. V dalších případech, plyny které ústí ze spalovacích motorů a průmyslových procesů obsahují škodlivé částice. Odstranění těchto částic je důležité pro ochranu zařízení a minimalizaci znečištění životního prostředí.

Nově vyvinuté filtry umožňují, že mohou být použity v procesech, kde budou čištěny a to buď pomocí samočištění, nebo pulzního čištění. Koláč prachu vytvořený na vstupní straně filtru může být odstraněn zpět prostřednictvím pulzujícího proudu vzduchu, jak je znázorněno na obrázku 2.4.2.2, během tohoto proudění dochází k zotavení filtru.



Potažená vrstva

Nepotažená vrstva

Obr. 2.4.2.2 Filtr po pulzním čistění. Levá část filtru byla potažena nanovlákenou vrstvou u které došlo k odstranění prachu, pravá část nebyla upravena a vrstva prachu se pouze protrhala. [36]

Při tomto proudění působí na povrch velká síla, během toho může u nanovlákené vrstvy se špatnou adhezí, nebo u vrstvy která sestává z jemných vláken, docházet k delaminaci. Při výrobě nanovláken bez použití rozpouštědel poskytuje vzniklá vrstva větší pružnost, odolnost a vynikající přilnavost k podkladu. Takto vyrobená nanovlákná mají delší životnost a lepší účinnost při pulzním čistění. [36]

2.4.3 Použití pro zachycení plynných částic

Vědci v Singapuru použili funkční polymerní nanovlákenou membránu z polyvinylchloridu (PVC) smíšeného s derivátem β -cyklodextrinu, k zachycení bojových chemických látek, jako jsou nervově paralytické látky. Nanovlákná v membráně působí jako substrát, na které se nervově paralytické látky zachytí, adsorbují a následně chemicky rozpadnou. Mezi bojovými chemickými látkami, je zachycení nervově paralytických látek zvláště důležité vzhledem k jejich akutní neurotoxicitě. Ochrana proti těmto látkám může být dosažena prostřednictvím ochranných obleků a masek. Problémy s použitím této ochrany je zejména otázka likvidace toxických látek a hmotnost ochranného oděvu.

Současné metody ochrany proti chemickým zbraním zahrnují použití aktivního uhlí jako sorbentu. Aktivní uhlí je funkcionalizováno s různými oxidy kovů s cílem usnadnit sorpci chemických látek jak neznázorněno na obrázku 2.4.3. Nicméně, nervové

a trávicí látky, které se fyzicky adsorbují na aktivním uhlí, mají za následek nebezpečnou likvidaci použitých obleků a masek.

Mezi používané metody k rozkladu nervových látek, patří degradace enzymu. Tato metoda je velmi selektivní, rychlá a jednoduchá, je ovšem spojena s mnoha omezeními, jako jsou náklady, stabilita enzymu, a produkce ve velkém měřítku. Vědci se z tohoto důvodu snaží napodobit funkčnost enzymu pomocí určitých chemických molekul k dosažení srovnatelné kinetiky, selektivity a výkonu pro dekontaminační reakci. [37]



Obr. 2.4.3.1 Aktivní uhlí absorbuje toxické látky. [37]

Vědci U. S. Naval Research Laboratory (NRL) v důsledku toho jakou hrozbu představují chemické a biologické látky, vyvíjejí unikátní systémy zaměřené na spontánní dekontaminaci různých materiálů prostřednictvím začlenění funkčních přísad, jako jsou: kvartérní amoniové soli (QAS), polyoxometaláty (POM), fullereny, a ftalocyaniny schopné neutralizovat chemické a biologické prostředky.

Při použití polyamidových vláken, které obsahují pět procent směsi niklu a POM látek, testy prokázaly více než 50 procentní dekontaminaci 2 - chlorethylen fenylosulfidu. Ovšem při použití ftalocyaninu došlo k větší dekontaminaci, než tomu bylo při použití POM sloučenin, a to pouze při zlomku koncentrace.

Zkoumání vlivu velikosti nanovláken na kapacitu pro dekontaminaci vedlo ke zjištění silných korelací mezi velikostí povrchu vláken a použitými přísadami. Elektrostatická vlákna použita k dekontaminaci měla v porovnání s použitím vytvrzeného nátěru, při měření o více než 99,9 procent lepší dekontaminační účinnost. [38]

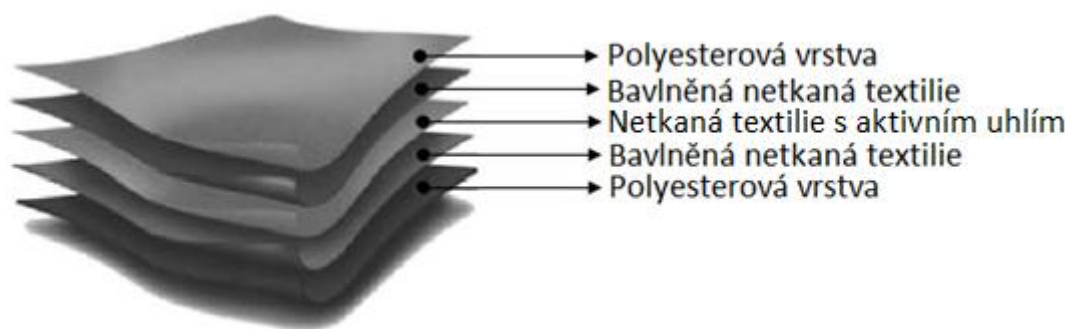
2.5 Ochranné obleky proti chemickým zbraním

Ochranné obleky jsou nezbytné pro úspěšnou ochranu a dlouhodobé pohodlí pracovníků tam, kde je hrozba chemických, biologických, radiologických a jaderných aktivit. Obleky jsou schopny adsorbovat škodlivé látky a tím poskytnout nekompromisní ochranu pro nositele. [39]

Současné chemické ochranné oděvy jsou obvykle tvořeny kompozitním materiálem z pěti vrstev, jak je znázorněné na obrázku 2.5.1. [40]

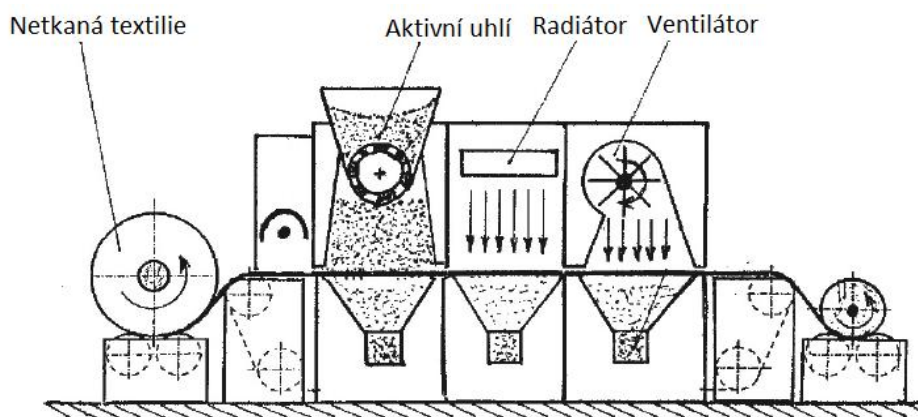
Kompozitní materiál může být definován jako kombinace dvou nebo více materiálů, které mají za následek lepší vlastnosti, než když jsou jednotlivé složky použity samostatně. Na rozdíl od kovových slitin, každý materiál si zachovává své chemické, fyzikální a mechanické vlastnosti. [41]

Při použití pro chemické ochranné oděvy je kompozitní materiál složen z vnějšího pláště z polyesteru, kvůli nízké absorpci, dobré pevnosti a dobré odolnosti vůči chemikáliím. Vnitřní vrstva kompozitního materiálu je vyrobena z bavlněné netkané textilie, protože poskytuje dobrou savost a komfort. Prostřední vrstva se skládá ze sendviče bavlněné netkané textilie s aktivním uhlím. [40]



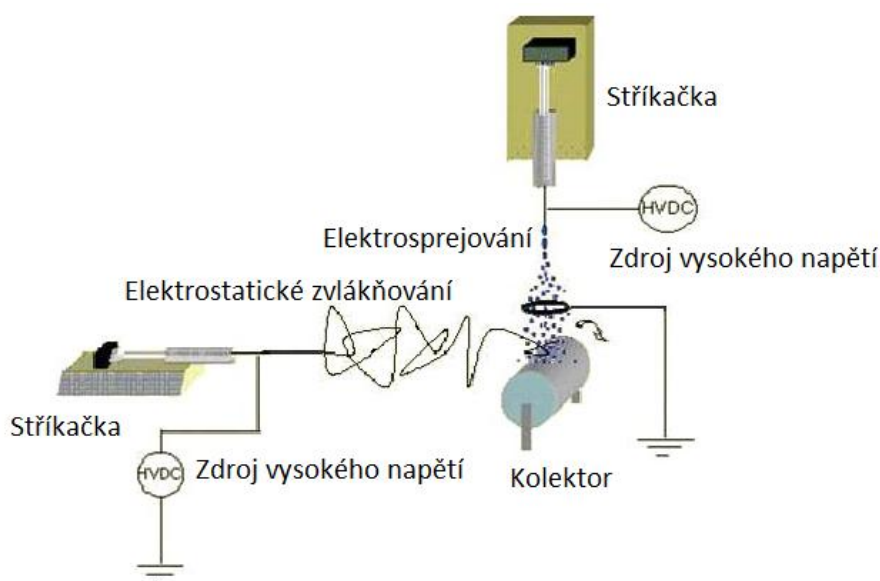
Obr. 2.5.1 Složení ochranného oděvu. [40]

První metoda pro výrobu adsorpčních materiálů zahrnuje mechanické zařízení pro dávkování aktivního uhlí na netkanou textilií, které je znázorněno na obrázku 2.5.2. V tomto procesu je netkaná textilie s aktivním uhlím natavena a následkem toho dojde k zatavení aktivního uhlí do povrchu textilie a tím k jejich trvalému spojení. [42]



Obr. 2.5.2 Schéma zařízení pro dávkování aktivního uhlí na prostřední vrstvu. [42]

Další metoda využívá elektrostatický proces zvlákňování a proces elektrostatického rozprašování, jak je na obrázku 2.5.3. Procesy elektrostatického zvlákňování a elektrostatického rozprašování je možné provádět současně nebo každý zvlášť. Tato kombinace vznikla z toho důvodu, že při smíchání částic s polymerním roztokem a následném elektrostatickém zvlákňování, došlo k částečnému zakrytí částic zvlákňovým polymerem a tím k omezení jejich povrchu. [43]



Obr. 2.5.3 Schéma elektrostatického zvlákňování a elektrostatického rozprašování. [43]

Existují i další metody pro výrobu vrstev obsahující částice. Výše uvedené metody využívají část systému, pomocí kterého byly vyráběny testované vzorky. První metoda využívá k nanášení aktivního uhlí na netkanou textilii mechanické zařízení a druhá metoda využívá proces elektrostatického rozprašování do vlákenné vrstvy.

3. Praktická část

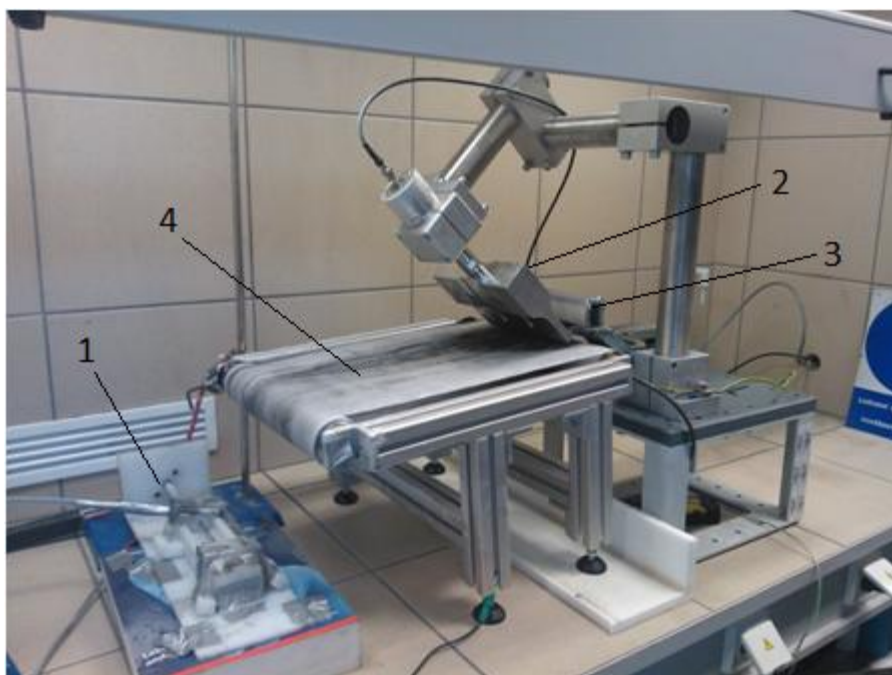
Praktická část této bakalářské práce představuje testování rovnoměrnosti a strukturního uspořádání materiálu kombinujícího elektrostatické zvlákňování a aktivní uhlí při různých podmínkách výroby (zejména uspořádání rozprašování).

3.1 Navržení vlastního měření

Pro charakterizace vzorků poslouží rastrovací elektronový mikroskop k vytvoření snímků, které budou dále použity k zjištění velikosti a rozložení vláken, velikosti pórů a plošnému zaplnění aktivním uhlím. Ke zjištění zda jsou filtry vhodné pro dlouhodobé použití lze změřit procento úbytku hmotnosti pomocí profukování.

3.2 Výroba vzorků

Vzorky byly vyráběny ve spolupráci s dalším studentem bakalářského studia Ivanem Ulmanem v rámci jeho bakalářské práce. K výrobě vzorků se využívalo laboratorní zařízení pro zvlákňování z hladkého válečku, které je zobrazeno na obrázku 3.2.1. Zařízení se skládalo z vaničky s polymerním roztokem, ve které se otáčel nabíjený váleček, sonotrody, dávkovacího zařízení částic aktivního uhlí a dopravníku ve kterém byl umístěn zemní drát.



Obr. 3.2.1 Laboratorní zařízení pro zvlákňování z hladkého válečku [Obrázek pořízen v laboratoři CXI TUL]. Zařízení se skládá z: 1) válečku ve vaničce s polymerním roztokem, 2) sonotrody, 3) dávkovacího zařízení částic aktivního uhlí, 4) dopravníku

Pro samotné zvlákňování se využíval 10hm% roztok polyvinylbutyralu (PVB; Mowital B60H, 60.000 molekulová hmotnost, od firmy Kuraray z Japonska) v etanolu. Roztok byl nalit do vaničky, ve které byl poháněný hladký váleček. Váleček díky otáčení na sebe nanese vrstvu polymerního roztoku a vlivem vysokého napětí začalo zvlákňování. Vlákna se ukládala na pohybující se dopravník, který v tomto případě byla spojená netkaná textilie typu spunbond. V horní části zařízení bylo umístěno dávkovací zařízení aktivního uhlí se sonotrodou, která má za úkol zajišťovat rovnoměrné rozložení aktivního uhlí. Pohyblivý dopravník nesl vlákna s naneseným aktivním uhlím po celou dobu, aby mohlo být vytvořeno více vrstev.

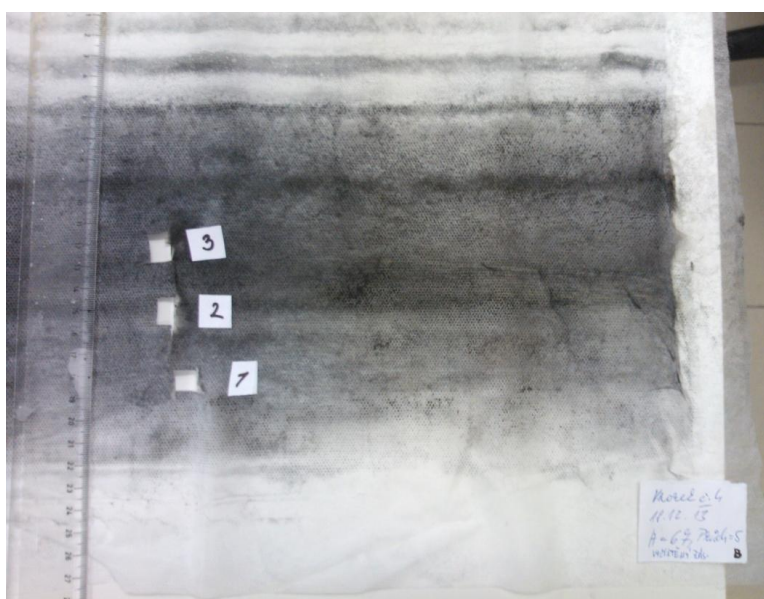
Všechny parametry materiálové a zejména procesní podmínky výroby těchto vrstev jsou uvedeny v bakalářské práci Ivana Ulmana. Mimo podmínek výroby uvedených v následující kapitole byly ostatní parametry drženy jako konstantní. Parametry vyrobených vzorků jsou uvedeny v tabulce 3.2.2

Číslo vzorku	Počet průchodů	Amplituda	Ostatní parametry	Datum výroby (série výroby)
Vzorek č. 1	3. průchody s nanášením částic	69		18.12.2013
Vzorek č. 2	4. průchody s nanášením částic	61		18.12.2013
Vzorek č. 3	3. průchody s nanášením částic	64,5	Vyčištěný zásobník	18.12.2013
Vzorek č. 4	5. průchodů s nanášením částic	67	Vyčištěný zásobník	18.12.2013
Vzorek č. 5	4. průchody s nanášením částic	60	Elektroda blíž / nahnutá	2.4.2014
Vzorek č. 6	5. průchodů s nanášením částic	75		2.4.2014
Vzorek č. 7	3. průchodů s nanášením částic 2. průchody bez nanášení částic	75	Sonotroda posunuta k dopravníku a zatlačuje částice do materiálu	16.4.2014
Vzorek č. 8	3. průchody s nanášením částic 2. Průchody bez nanášení částic	75	Sonotroda posunuta k dopravníku a zatlačuje částice do materiálu	16.4.2014
Vzorek č. 9	2. průchody s nanášením částic 2. Průchody bez nanášení částic	75	Sonotroda posunuta k dopravníku a zatlačuje částice do materiálu	16.4.2014

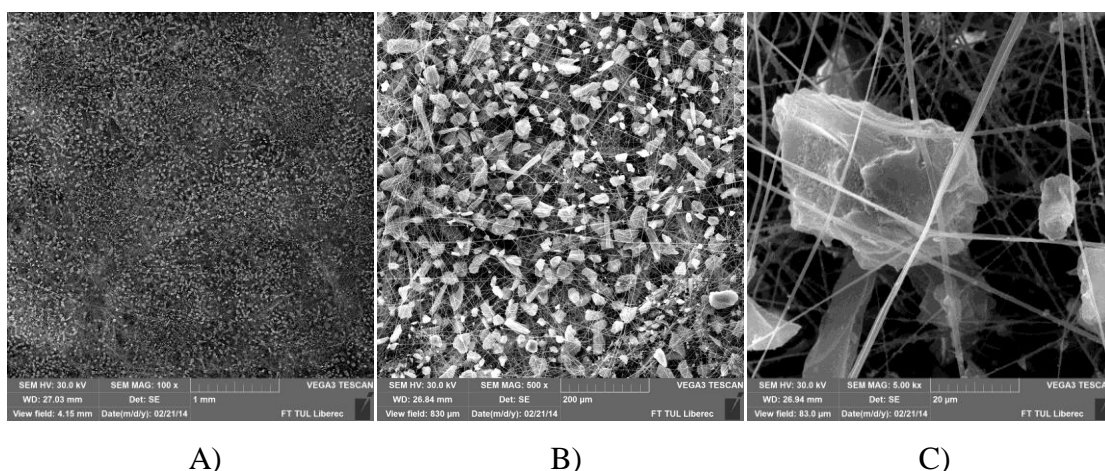
Tabulka 3.2.2 Použité proměnné parametry při výrobě vrstev.

3.3 Testování vzorků

Celkem bylo testováno devět vzorků s parametry uvedenými v tabulce 3.2.2. Z každé vyrobené vrstvy byly vyříznuty tři vzorky, jeden z místa, které bylo nejvíce u kraje, druhý z místa mezi krajem a středem, třetí vzorek byl vyříznut z jeho středu, jak je znázorněno na obrázku 3.3.1. Místo odběru ve vzorku se určilo podle šíře nanášeného uhlí, které v tomto případě bylo zhruba 16 cm. Vzorky byly umístěny na terčík a následně pozlacený, pro zlepšení elektrické vodivosti povrchu vzorků k následné rastrovací elektronové mikroskopii. Každý vyříznutý vzorek byl podroben sérii snímků při zvětšení 100x, 500x a 5000x, příslušné snímky jsou na obrázku 3.3.2. Pro každé místo ve vzorku bylo uděláno 10 snímků. Celkem tedy bylo uděláno 270 snímků.



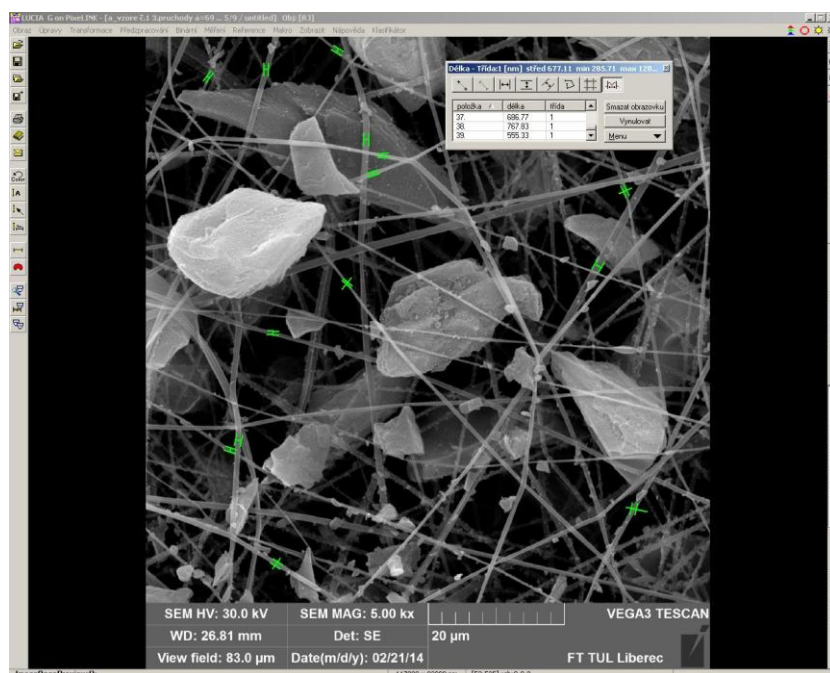
Obr. 3.3.1 Způsob odebrání vzorků z vyrobeného vzorku č. 4.



Obr. 3.3.2 A) Snímek při zvětšení 100x s měřítkem 1 mm. B) Snímek se zvětšením 500x s měřítkem 200 µm. C) Snímek při zvětšení 5000x s měřítkem 20 µm.

3.3.1 Měření průměru vláken

Pořízené snímky se zvětšením 5000x z rastrovacího elektronového mikroskopu byly použity pro analýzu pomocí programu Lucia G (výrobce LIM, s. r. o. Praha). Tento program umožňuje změření průměru vláken, jak je na obrázku 3.3.1.1, a uložení získaných dat. U každého měřeného vzorku bylo provedeno více než sto měření.

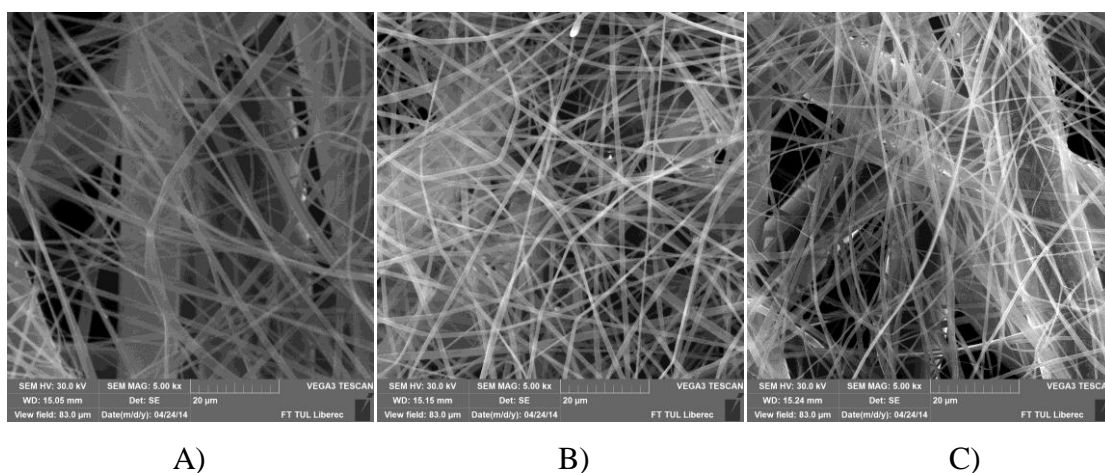


Obr. 3.3.1.1 Měření průměru vláken pomocí programu Lucia G.

Číslo vzorku	Místo nejvíce do kraje	Místo mezi krajem a středem	Místo ve středu vzorku
Vzorek č. 1	634 nm ± 34 nm	609 nm ± 39 nm	575 nm ± 40 nm
Vzorek č. 2	612 nm ± 38 nm	702 nm ± 37 nm	534 nm ± 25 nm
Vzorek č. 3	1156 nm ± 96 nm	711 nm ± 51 nm	684 nm ± 43 nm
Vzorek č. 4	685 nm ± 33 nm	719 nm ± 33 nm	664 nm ± 55 nm
Vzorek č. 5	809 nm ± 56 nm	748 nm ± 50 nm	823 nm ± 60 nm
Vzorek č. 6	994 nm ± 79 nm	1127 nm ± 85 nm	798 nm ± 53 nm
Vzorek č. 7	342 nm ± 46 nm	473 nm ± 45 nm	609 nm ± 62 nm
Vzorek č. 8	610 nm ± 46 nm	457 nm ± 41 nm	422 nm ± 41 nm
Vzorek č. 9	530 nm ± 86 nm	606 nm ± 49 nm	509 nm ± 58 nm
Slepý vzorek	737 nm ± 60 nm	675 nm ± 54 nm	549 nm ± 40 nm

Tabulka 3.3.1.2 Střední hodnoty s 95% intervaly spolehlivosti všech měřených vzorků.

Výsledné střední hodnoty s 95% intervaly spolehlivosti všech měřených vzorků jsou v tabulce 3.3.1.2. Z naměřených hodnot je patrné, že střední hodnota průměru vláken závisí na tom, v jaké sérii byl vzorek vyroben, kvůli různé okolní vlhkosti v laboratoři nebo změně koncentrace roztoku při dlouhodobém zvlákňování. U vzorků vyrobených v první sérii se průměr vláken pohybuje mezi 600 - 700 nanometry. U vzorků vyrobených v druhé sérii se tato hodnota zvýšila a pohybovala se okolo 800 nanometrů. Při třetí sérii výroby vzorků se průměr vláken snížil a pohyboval mezi 400 – 500 nanometry. Slepý vzorek na obrázku 3.3.1.3 a jeho hodnoty ukazují, že i zde dochází k výkyvu průměrů vláken v jednotlivých místech, čímž je vyloučen případný vliv částic aktivního uhlí na průměry výsledných vláken. Snímky jednotlivých míst a výsledné hodnoty z měření průměrů vláken jsou uvedeny v příloze číslo 1.



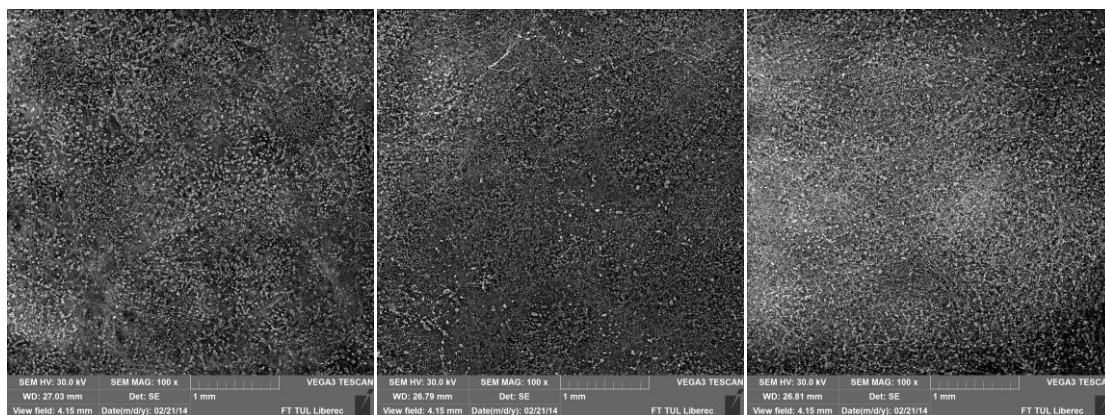
Obr. 3.3.1.3 Slepý vzorek. A) Místo nejvíce do kraje. B) Místo mezi krajem a středem. C) Střed. Všechny snímky mají měřítko 20 µm.

3.3.2 Rozložení částic aktivního uhlí

Pro zkoumání rozložení částic aktivního uhlí posloužily snímky z rastrovacího elektronového mikroskopu při zvětšení 100x. U všech vzorků byl pořízen jeden snímek z každého testovaného místa o velikosti přibližně 16 mm².

Na obrázku 3.3.2.1 lze pozorovat rozložení částic vzorku č. 1, který byl vyroben v první sérii. Na obrázku 3.3.2.1 A, je rozložení místa mezi krajem a středem, na obrázku 3.3.2.1. B, je znázorněné rozložení v místě mezi krajem a středem. Rozložení částic aktivního uhlí ve středu vzorku je znázorněno na obrázku 3.3.2.1 C. V tomto vzorku nastalo nejlepší viditelné rozložení částic ve středu vzorku, ovšem ve všech

místech se vyskytují shluky větších či menších částic, jak je znázorněno na obrázku 3.3.2.2. Vyskytují se zde ale také části, které vůbec nejsou zaplněny. Rozložení částic je ve všech místech přibližně stejné.

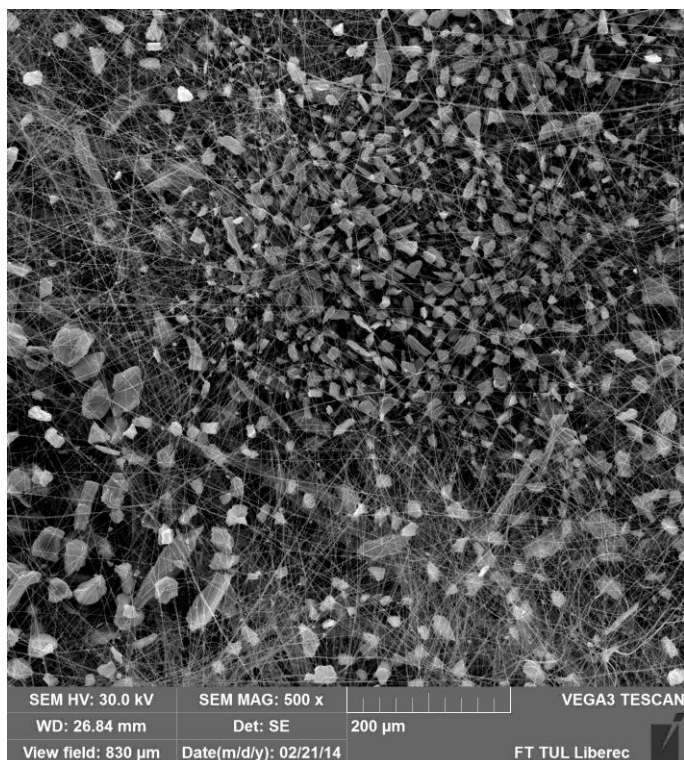


A)

B)

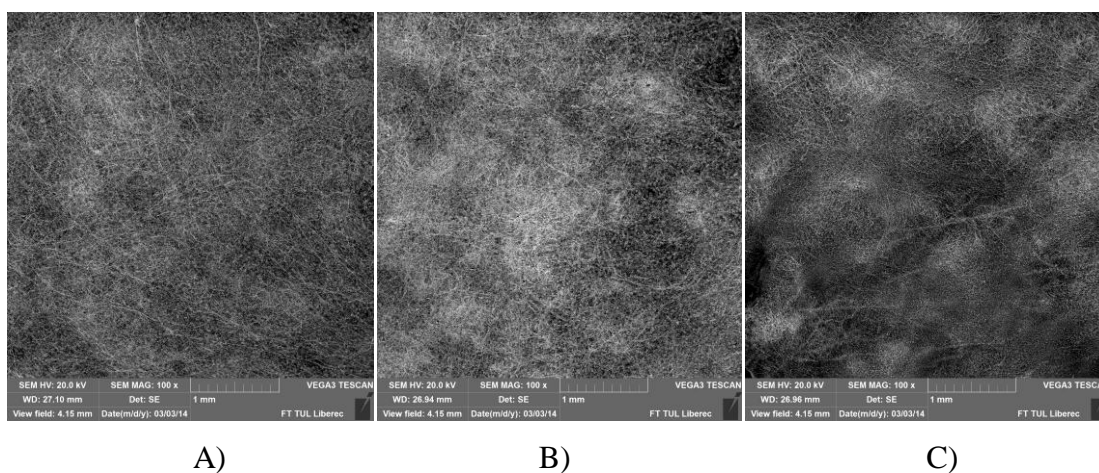
C)

Obr. 3.3.2.1 Rozložení částic aktivního uhlí. A) Místo nejvíce do kraje. B) Místo mezi krajem a středem. C) Střed vzorku. Všechny snímky mají měřítko 1 mm.



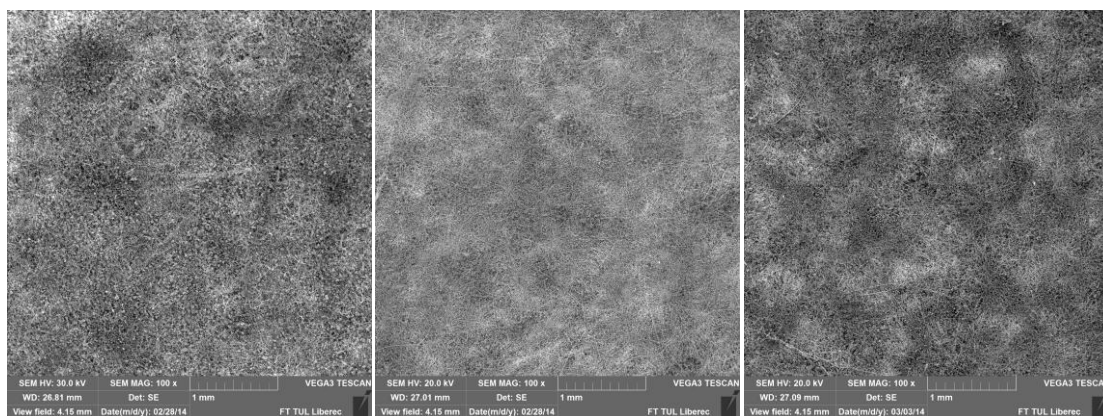
Obr. 3.3.2.2 Detail shlukujících se částic vzorku č. 1 v místě nejvíce do kraje. Měřítko tohoto snímku je 200 µm.

Rozložení částic aktivního uhlí vzorku č. 2 je znázorněno na obrázku 3.3.2.3. V místě nejvíce do kraje, které je znázorněno na obrázku 3.3.2.3 A, lze pozorovat téměř dokonalé rozložení částicemi aktivního uhlí o přibližně stejné velikost, v tomto místě se ale vyskytují místa, která jsou méně zaplněna vlákny. Na obrázku 3.3.2.3 B je zachyceno místo mezi krajem a středem, v tomto místě je stejně jako v místě nejvíce do kraje, rozložení částic velice dobré a nanesené částice mají přibližně stejnou velikost. Střed vzorku, zachycený na obrázku 3.3.2.3 C, obsahuje malé částice, které jsou zachyceny na vláknech, a rozložení částic je ovlivněno počtem vláken. I v tomto případě se vyskytují méně zaplněná místa vlákny.



Obr. 3.3.2.3 Rozložení částic vzorku č. 2. A) Místo nejvíce do kraje. B) Místo mezi krajem a středem. C) Střed vzorku s viditelnými prázdnými místy. Všechny snímky mají měřítko 1 mm.

Obrázek 3.3.2.4 zachycuje rozložení částic aktivního uhlí u vzorku č. 3. V místě nejvíce do kraje, které je na obrázku 3.3.2.4 A, je rozložení stejně velkých částic. V tomto místě se vytvářejí místa, která jsou méně zaplněna aktivním uhlím. V místě mezi krajem a středem, znázorněno na obrázku 3.3.2.4 B, je rozložení částic aktivního uhlí téměř ideální. Velikosti rozložených částic je podobná a vytvářejí pouze pár míst, které jsou méně zaplněny. Na obrázku 3.3.2.4 C, je zachycen střed vzorku. V tomto místě opět částice vytvářejí shluky kde je více částic.



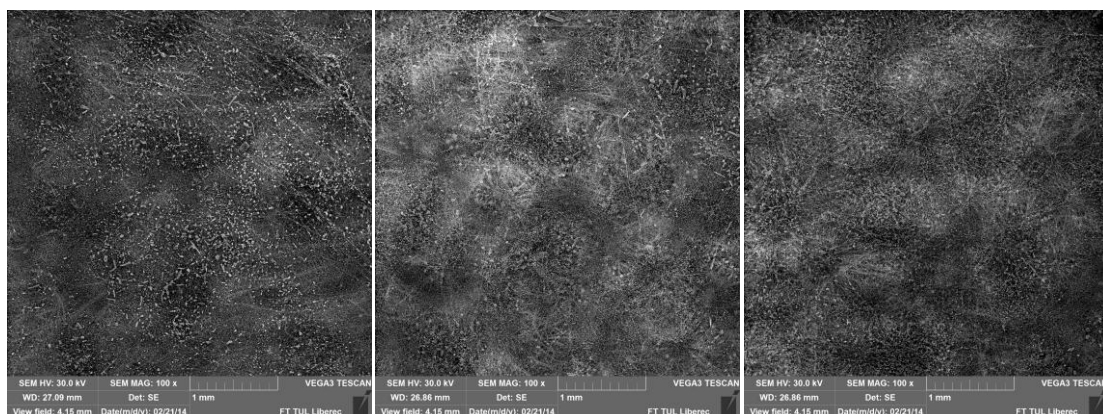
A)

B)

C)

Obr. 3.3.2.4 Rozložení částic aktivního uhlí u vzorku č. 3. A) Místo nejvíce do kraje. B) Místo mezi krajem a středem. C) Střed vzorku. Všechny snímky mají měřítko 1 mm.

Rozložení částic aktivního uhlí zachyceno na obrázku 3.3.2.5 patří vzorku č. 4. Na obrázku 3.3.2.5 A, je znázorněno rozložení částic v místě nejvíce do kraje. Rozložení v tomto místě je naprosto neideální. Jsou vytvořena místa, kde se spojují větší částice, menší částice a jsou zde i místa, která nejsou vůbec zaplněna. U místa mezi krajem a středem vzorku, které je na obrázku 3.3.2.5 B, je rozložení podobné jako v místě nejvíce do kraje. Částice v tomto místě se také shlukují do bodů, kde jsou pouze velké, malé či žádné. Střed vzorku na obrázku 3.3.2.5 C obsahuje stejně neideální rozložení částic, jako tomu bylo u předchozích dvou míst. Opět jsou vytvořena místa, kde částice nejsou rozloženy vůbec a místa kde se částice shlukují do míst podle vlastní velikosti.



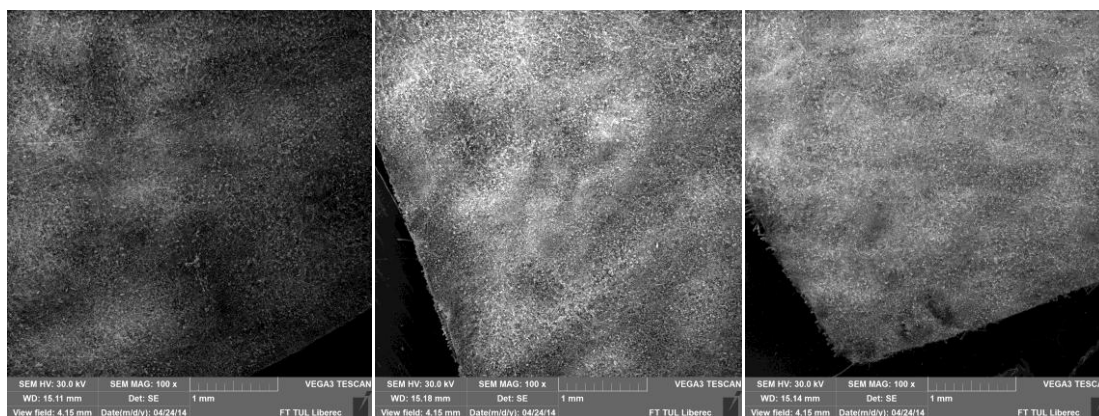
A)

B)

C)

Obr. 3.3.2.5 Rozložení částic aktivního uhlí vzorku č. 4. A) Místo nejvíce do kraje. B) Místo nejvíce do kraje. C) Střed vzorku. Všechny snímky mají měřítko 1 mm.

Před výrobou vzorku č. 5 došlo ke změně úhlu sonotrody. Jak je znázorněno na obrázku 3.3.2.6 A, tak v místě nejvíce do kraje nedošlo k žádnému zlepšení. Částice se v tomto místě opět shlukují do bodů a vznikají místa, která nejsou téměř pokryta. V místě mezi krajem a středem, na obrázku 3.3.2.6 B, lze rovněž pozorovat shlukování částic a vytvoření nepokrytých míst. Ve středu vzorku, na obrázku 3.3.2.6 C opět dochází k vytvoření nepokrytých míst.



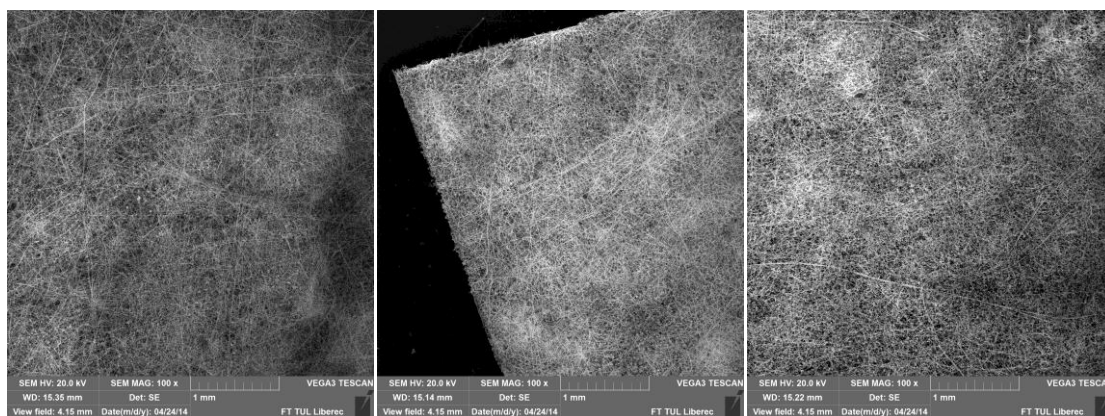
A)

B)

C)

Obr. 3.3.2.6 Rozložení částic aktivního uhlí vzorku č. 5. A) Místo nejvíce do kraje. B) Místo nejvíce do kraje. C) Střed vzorku. Všechny snímky mají měřítko 1 mm.

Rozložení částic vzorku č. 6 v místě nejvíce do kraje, které je na obrázku 3.3.2.7 A, došlo k minimálnímu nánosu částic aktivního uhlí, částice jsou zde rozprostřeny nahodile. V místě mezi krajem a středem, na obrázku 3.3.2.7 B, částice nevytváří shluky, jsou zde rozprostřeny rovnoměrně. Ve středu vzorku, na obrázku 3.3.2.7 C, je rozložení ideální, částice jsou velikostně promíchány, nevytváří žádné shluky ani prázdná místa.



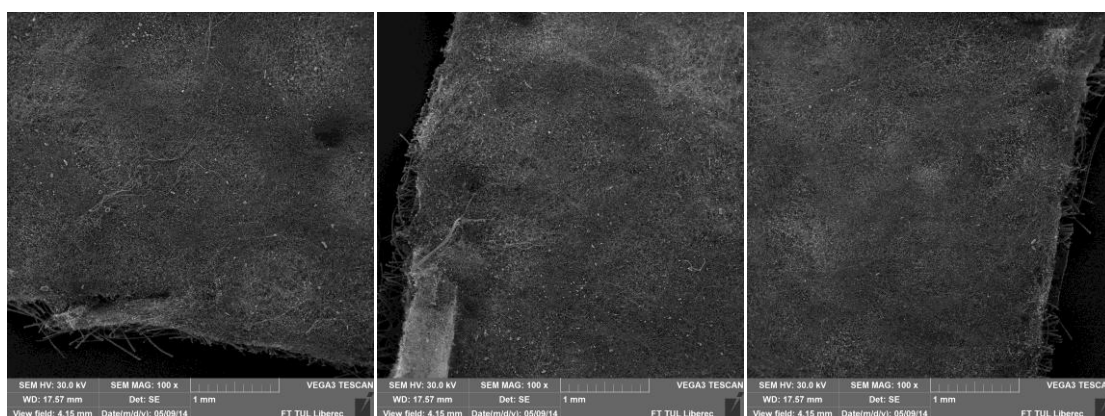
A)

B)

C)

Obr. 3.3.2.7 Rozložení částic aktivního uhlí vzorku č. 6. A) Místo nejvíce do kraje. B) Místo nejvíce do kraje. C) Střed vzorku. Všechny snímky mají měřítko 1 mm.

U vzorku č. 7 došlo k nanášení částic pouze během dvou průchodů a během tří průchodů docházelo pouze ke zvlákňování. Částice v místě nejvíce do kraje na obrázku 3.3.2.8 A jsou rozprostřeny po celé ploše, vytváří se ovšem malé shluky. Na obrázku 3.3.2.8 B je místo mezi krajem a středem. V tomto místě jsou částice rozprostřeny podobně jako v místě nejvíce do kraje. Ve středu vzorku, které je na obrázku 3.3.2.8 C, jsou částice rozprostřeny po celé ploše, jenže vytvářejí větší místa, kde jsou pouze malé částice.



A)

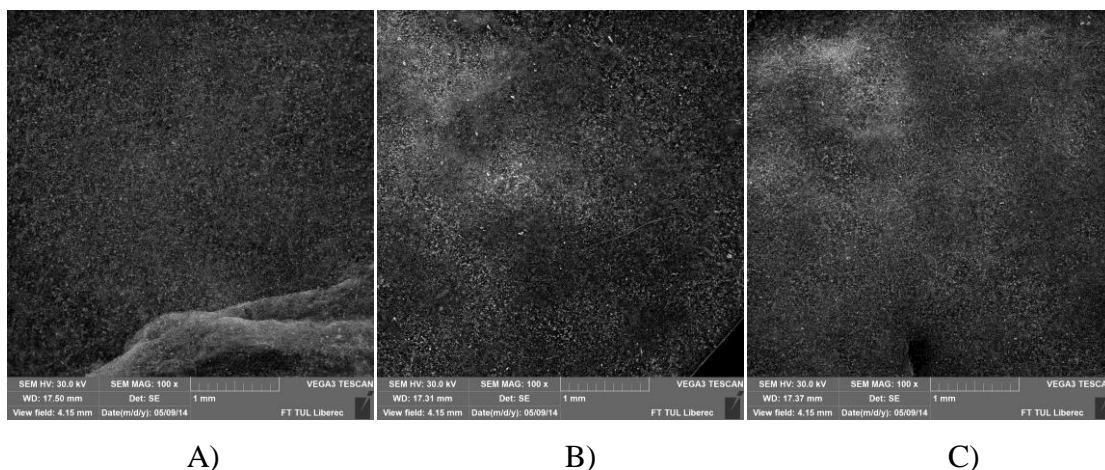
B)

C)

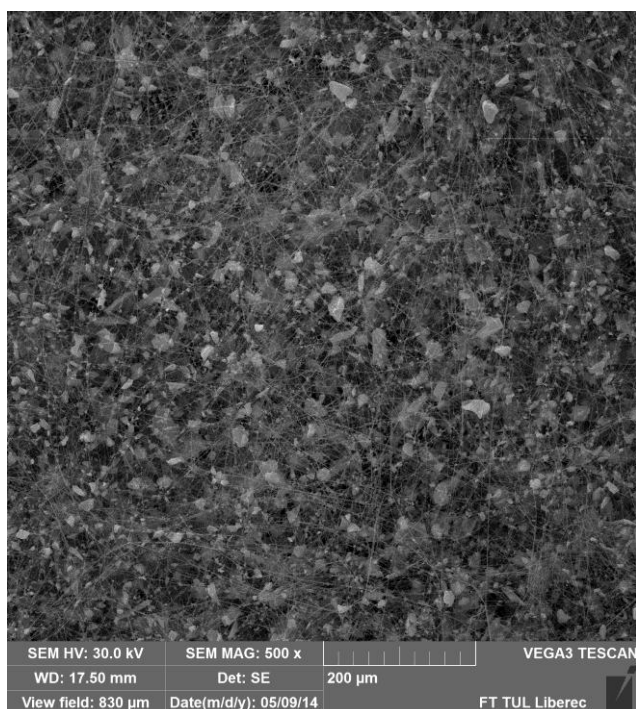
Obr. 3.3.2.8 Rozložení částic aktivního uhlí vzorku č. 7. A) Místo nejvíce do kraje. B) Místo nejvíce do kraje. C) Střed vzorku. Všechny snímky mají měřítko 1 mm.

Rozložení částic vzorek č. 8 v místě nejvíce do kraje, které je na obrázku 3.3.2.9 A jsou částice rozprostřeny po celé ploše, nevytvářejí shluky a velikostně jsou

promíchány, ideální rozložení je na obrázku 3.3.2.10. Místo mezi krajem a středem, které je na obrázku 3.3.2.9 B obsahuje částice, které jsou velikostně promíchány. V tomto místě se ovšem vytvářejí prázdná místa, která jsou zaplněna velmi málo. Rozložení částic ve středu vzorku, které je na obrázku 3.3.2.9 C, jsou částice také velikostně promíchány. V tomto místě se ovšem nevytvářejí místa, která jsou méně zaplněna, jako tomu bylo v místě mezi krajem a středem.

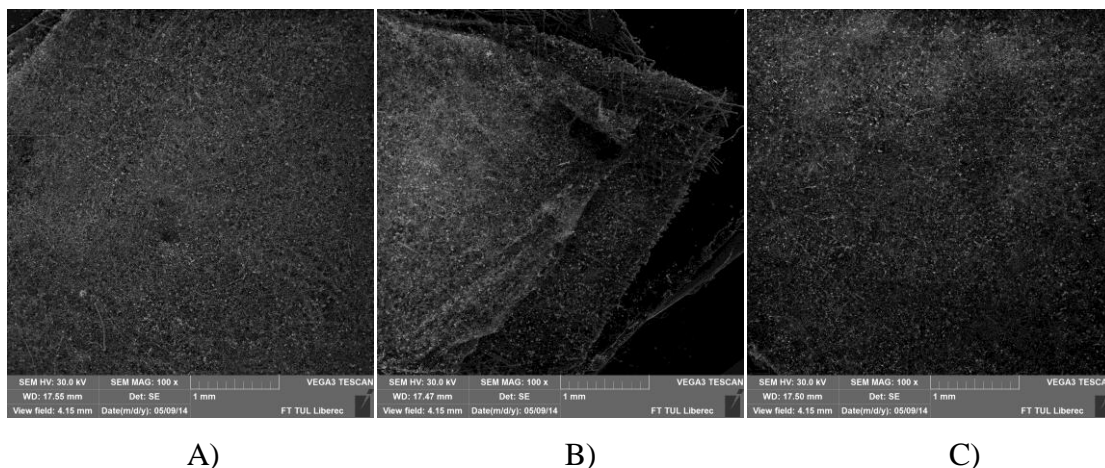


Obr. 3.3.2.9 Rozložení částic aktivního uhlí vzorku č. 8. A) Místo nejvíce do kraje. B) Místo nejvíce do kraje. C) Střed vzorku. Všechny snímky mají měřítko 1 mm.



Obr. 3.3.2.10 Detail promíchaných částic ve vzorku č. 8 v místě nejvíce do kraje. Měřítko u tohoto snímku je 200 µm.

Rozložení částic vzorku č. 9 v místě nejvíce do kraje, které je na obrázku 3.3.2.11 A, jsou částice rozloženy takřka ideálně, velikostně jsou promíchány a nevytvářejí se místa, která jsou méně zaplněna. V místě mezi krajem a středem na obrázku 3.3.2.11 B, jsou částice rozloženy stejně jako v místě nejvíce do kraje. Ve středu vzorku, které je na obrázku 3.3.2.11 C, jsou částice velikostně promíchány a jsou rozprostřeny po celé ploše.



Obr. 3.3.2.11 Rozložení částic aktivního uhlí vzorku č. 9. A) Místo nejvíce do kraje. B) Místo nejvíce do kraje. C) Střed vzorku. Všechny snímky mají měřítko 1 mm.

3.3.3 Měření plochy aktivního uhlí

Pro měření plochy zabírající na snímcích jednotlivé částice aktivního uhlí byly použity snímky při zvětšení 500x pořízené pomocí rastrovacího elektronového mikroskopu. Pro měření plochy částic byl taktéž použit program Lucia G.

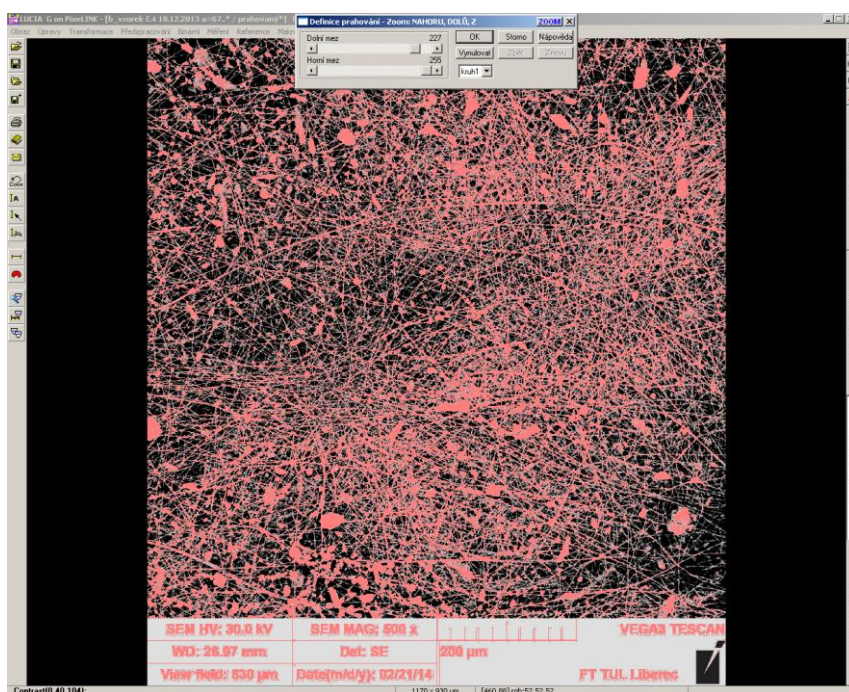
Číslo vzorku	Místo nejvíce do kraje	Místo mezi krajem a středem	Místo ve středu vzorku
Vzorek č. 1	$625 \mu\text{m}^2 \pm 88 \mu\text{m}^2$	$146 \mu\text{m}^2 \pm 28 \mu\text{m}^2$	$449 \mu\text{m}^2 \pm 52 \mu\text{m}^2$
Vzorek č. 2	$357 \mu\text{m}^2 \pm 51 \mu\text{m}^2$	$243 \mu\text{m}^2 \pm 34 \mu\text{m}^2$	$104 \mu\text{m}^2 \pm 20 \mu\text{m}^2$
Vzorek č. 3	$331 \mu\text{m}^2 \pm 39 \mu\text{m}^2$	$216 \mu\text{m}^2 \pm 35 \mu\text{m}^2$	$228 \mu\text{m}^2 \pm 38 \mu\text{m}^2$
Vzorek č. 4	$346 \mu\text{m}^2 \pm 72 \mu\text{m}^2$	$165 \mu\text{m}^2 \pm 20 \mu\text{m}^2$	$246 \mu\text{m}^2 \pm 40 \mu\text{m}^2$
Vzorek č. 5	$651 \mu\text{m}^2 \pm 87 \mu\text{m}^2$	$262 \mu\text{m}^2 \pm 36 \mu\text{m}^2$	$179 \mu\text{m}^2 \pm 37 \mu\text{m}^2$
Vzorek č. 6	$356 \mu\text{m}^2 \pm 85 \mu\text{m}^2$	$280 \mu\text{m}^2 \pm 24 \mu\text{m}^2$	$293 \mu\text{m}^2 \pm 24 \mu\text{m}^2$
Vzorek č. 7	$164 \mu\text{m}^2 \pm 54 \mu\text{m}^2$	$154 \mu\text{m}^2 \pm 39 \mu\text{m}^2$	$181 \mu\text{m}^2 \pm 51 \mu\text{m}^2$
Vzorek č. 8	$295 \mu\text{m}^2 \pm 94 \mu\text{m}^2$	$223 \mu\text{m}^2 \pm 49 \mu\text{m}^2$	$167 \mu\text{m}^2 \pm 80 \mu\text{m}^2$
Vzorek č. 9	$250 \mu\text{m}^2 \pm 24 \mu\text{m}^2$	$379 \mu\text{m}^2 \pm 18 \mu\text{m}^2$	$232 \mu\text{m}^2 \pm 56 \mu\text{m}^2$

Tabulka 3.3.3.1 Střední hodnota velikosti částic s 95% intervalem spolehlivosti.

Z hodnot v tabulce 3.3.3.1 je patrné, že průměrná plocha částic aktivního uhlí v prvních drou sériích je velice nerovnoměrná a to v každém testovaném místě. Částice jsou si pouze v pár případech velikostně podobná. U třetí série výroby vzorků lze pozorovat zlepšení, velikost plochy částic je podobná, liší se pouze o malé množství. Snímky a získaná data jsou uvedena v příloze číslo 2.

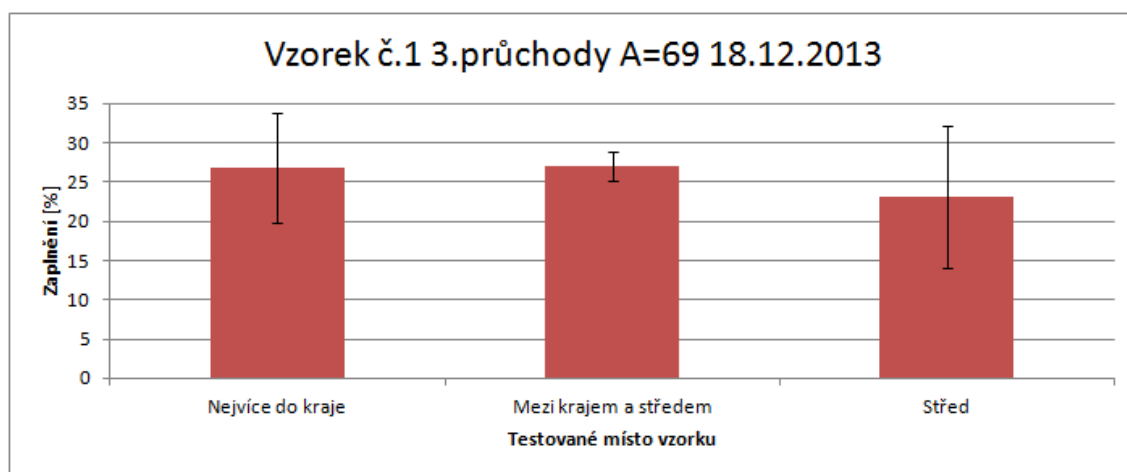
3.3.4 Měření zaplnění

Zaplnění celkové plochy částicemi aktivního uhlí bylo měřeno opět pomocí programu Lucia G. Pro měření byly použity snímky při zvětšení 500x. Pro výpočet zaplnění bylo nutné změřit velikosti částic aktivního uhlí na daném snímku a velikost plochy celého snímku. U každého měřeného snímku bylo nutné upravit kontrast a použít definici prahování podle RGB (barevný model – červená, zelená, modrá), které je znázorněno na obrázku 3.3.4.1. Poté přes binární obraz provést erozi a dilataci obrazu. U takto upravených snímků bylo nutné provést ruční označení nevybraných částic aktivního uhlí a poté teprve bylo možné použít měření objektů. Měření plošného zaplnění proběhlo na všech snímcích a výsledné zaplnění se v každém místě zprůměrovalo.

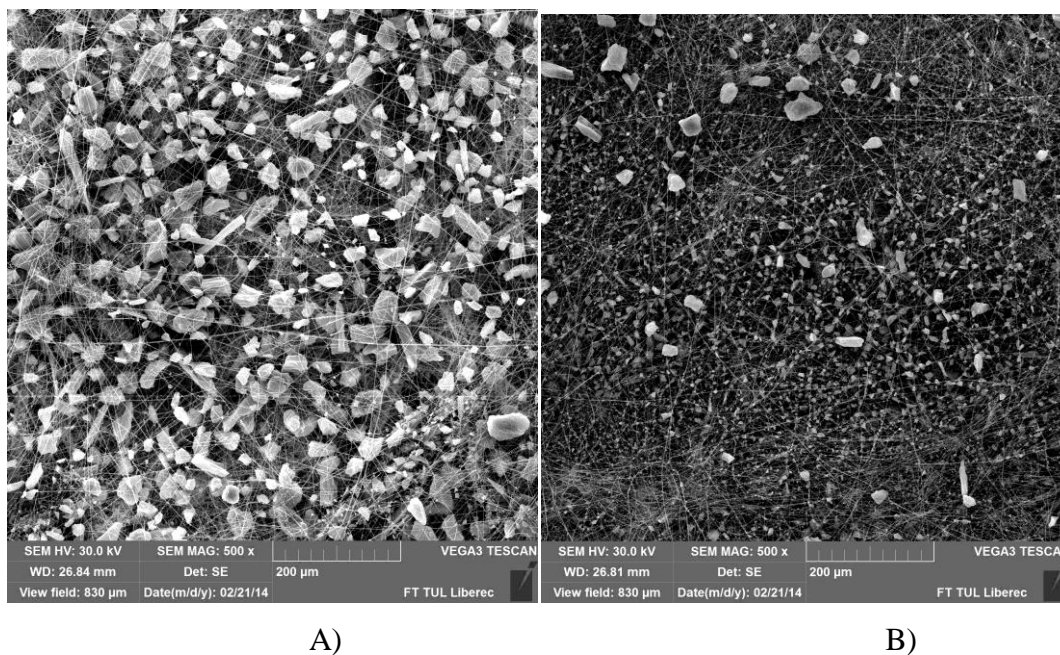


Obr. 3.3.4.1 Prahování podle RGB pomocí softwaru Lucia G.

U vzorku č. 1 jsou hodnoty zaplnění znázorněny na obrázku v grafu 3.3.4.2. V místě nejvíce do kraje bylo zaplnění změřeno na $26\% \pm 7\%$. V místě mezi krajem a středem zaplnění bylo $27\% \pm 2\%$ a ve středu vzorku $23\% \pm 9\%$. Největší zaplnění bylo v místě nejvíce do kraje u prvního snímku, kde zaplnění bylo 38%, zaplnění snímku je zachyceno na obrázku 3.3.4.3 A, naopak nejmenší zaplnění bylo ve středu vzorku u druhého snímku, kde činilo 12%, toto malé zaplnění je znázorněno na obrázku 3.3.4.3 B. Celkové hodnoty zaplnění jsou v celé šíři vzorku podobné.

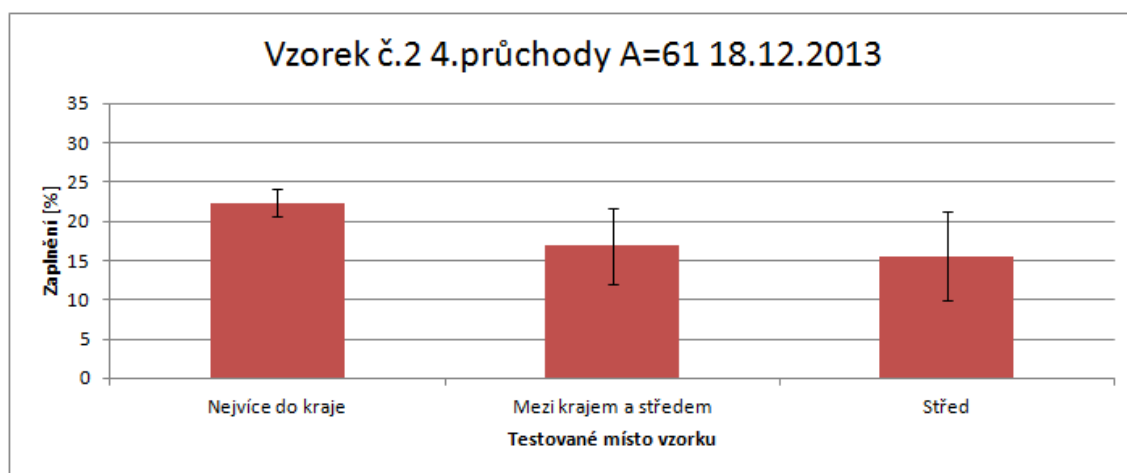


Obr. 3.3.4.2 Graf hodnot zaplnění vzorku č. 1.



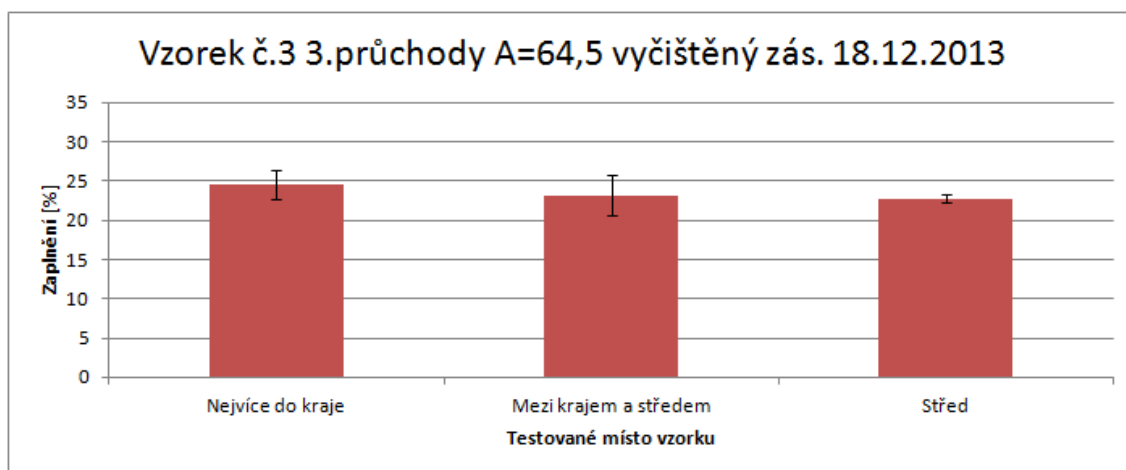
Obr. 3.3.4.3 Rozdíl v zaplnění u dvou snímků. A) Zaplnění snímku jedna v místě nejvíce do kraje. B) Zaplnění druhého snímku ve středu vzorku.

Pro vzorek č. 2 jsou hodnoty znázorněny na obrázku v grafu 3.3.4.4. U tohoto vzorku je hodnota v místě nejvíce do kraje vychýlena od ostatních míst. Zaplnění v místě nejvíce do kraje bylo $22\% \pm 2\%$, v místě mezi krajem a středem zaplnění bylo $17\% \pm 5\%$ a ve středu vzorku zaplnění bylo $15\% \pm 6\%$. Hodnota největšího zaplnění u tohoto vzorku byla v porovnání s předchozím vzorkem menší, u tohoto vzorku bylo největší zaplnění určeno v místě mezi krajem a středem u prvního snímku 24%. Nejmenší zaplnění bylo zjištěno ve středu vzorku u čtvrtého snímku, kde bylo pouhých 8%.



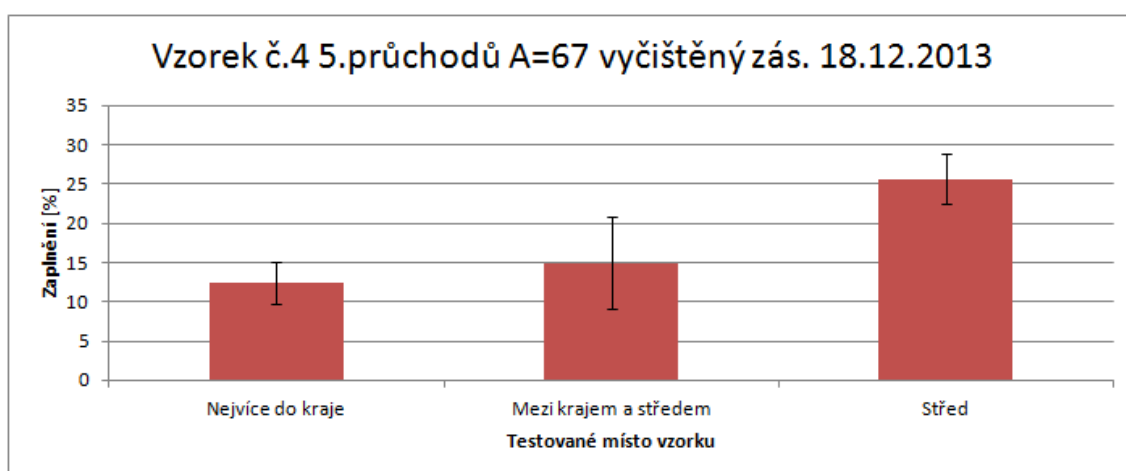
Obr. 3.3.4.4 Graf hodnot zaplnění pro vzorek č. 2.

U vzorku č. 3 bylo jednotlivé měření zaplnění velice vyvážené a většinou se pohybovalo okolo 22%. Na obrázku v grafu 3.3.4.5 jsou znázorněny hodnoty zaplnění, kde pro místo nejvíce do kraje tato hodnota byla $24\% \pm 2\%$, v místě mezi krajem a středem zaplnění bylo $23\% \pm 3\%$, a ve středu vzorku zaplnění bylo $22\% \pm 1\%$. Největší zaplnění při měření bylo zjištěno v místě nejvíce do kraje u čtvrtého snímku. Nejmenší zaplnění naopak bylo v místě mezi krajem a středem, kde zaplnění bylo 19%.

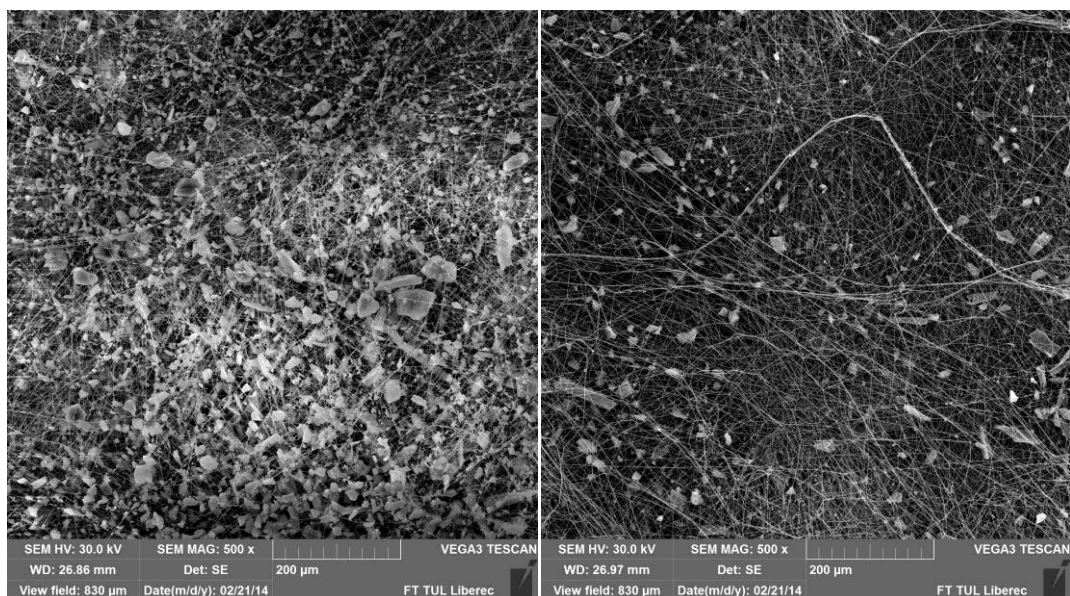


Obr. 3.3.4.5 Graf s velice vyváženými hodnotami zaplnění u vzorku č. 3.

U vzorku č. 4 hodnoty zaplnění stoupají od místa nejvíce do kraje až ke středu vzorku, jak je znázorněno na obrázku v grafu 3.3.4.6. Zaplnění v místě nejvíce do kraje bylo $12\% \pm 3\%$, v místě mezi krajem a středem zaplnění bylo $15\% \pm 6\%$, a ve středu vzorku zaplnění bylo $25\% \pm 3\%$. Zaplnění částicemi aktivního uhlí se u tohoto vzorku se výrazně lišilo. Největší zaplnění bylo změřeno ve středu vzorku u čtvrtého snímku, kde bylo 30%, kdežto nejmenší zaplnění bylo změřeno v místě nejvíce do kraje v prvním snímku, kde bylo pouhých 8%. Velké zaplnění středu vzorku je znázorněno na obrázku 3.3.4.7 A, malé zaplnění místa nejvíce do kraje je na obrázku 3.3.4.7 B.



Obr. 3.3.4.6 Graf hodnot zaplnění, vstoupají od místa nejvíce do kraje ke středu vzorku.

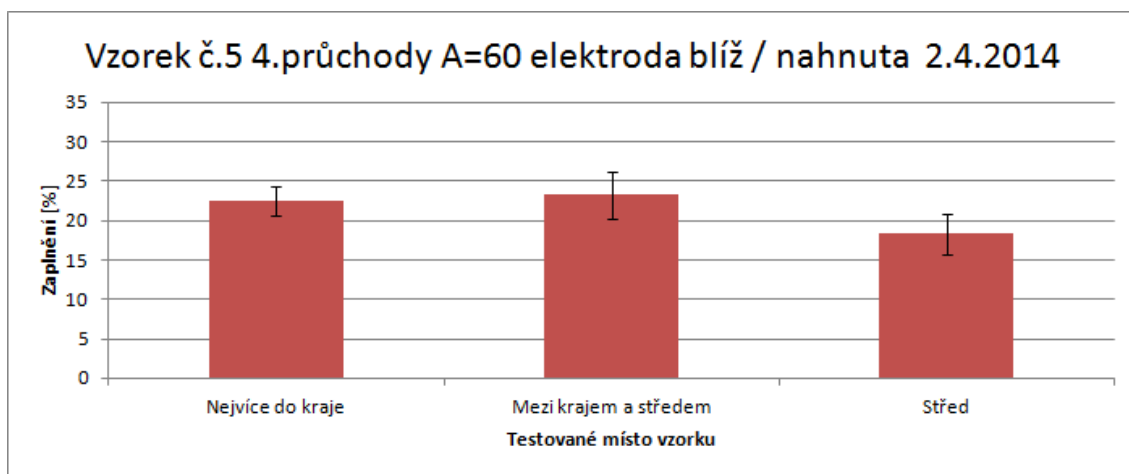


A)

B)

Obr. 3.3.4.7 Rozdíl v zaplnění. A) Větší zaplnění vzorku. B) Menší zaplnění vzorku.

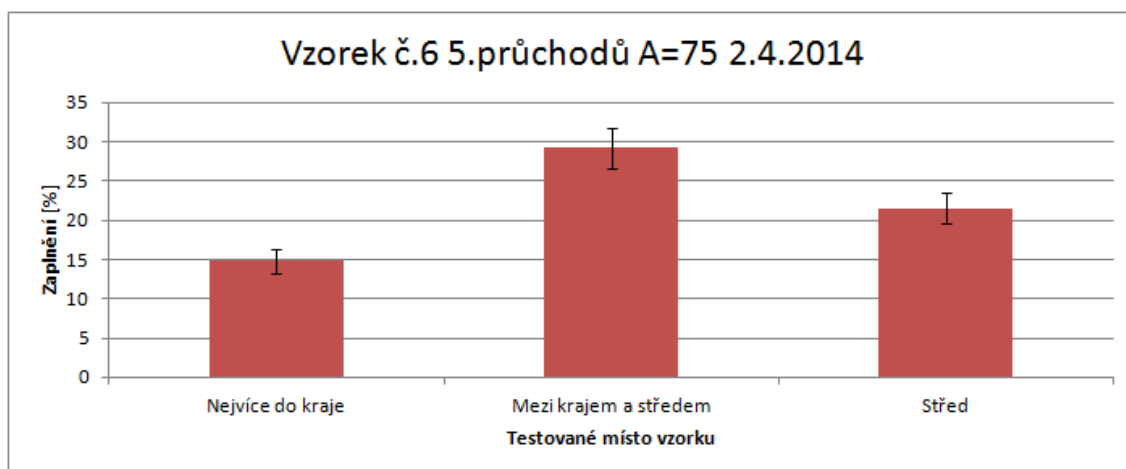
Z hodnot v grafu na obrázku 3.3.4.8 je patrné, že u vzorku č. 5 bylo zaplnění celkem vyrovnané. V místě nejvíce do kraje bylo zaplnění plochy vzorku částicemi aktivního uhlí $22\% \pm 2\%$. V místě mezi krajem a středem bylo zaplnění $23\% \pm 3\%$. Ve středu vzorku bylo zaplnění menší, nedošlo ovšem k velkému výkyvu. Zaplnění v tomto místě bylo $18\% \pm 3\%$.



Obr. 3.3.4.8 Graf zaplnění vzorku č. 5.

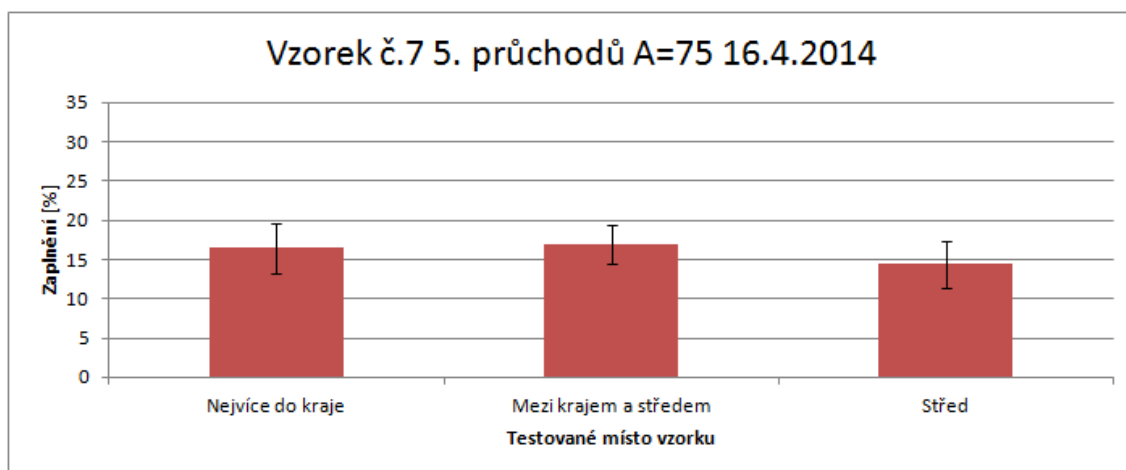
Zaplnění u vzorku č. 6, bylo zaplnění nevyvážené, jak je znázorněné v grafu na obrázku 3.3.4.9. Zaplnění v místě nejvíce do kraje bylo necelých $15\% \pm 1\%$. V místě

mezi krajem a středem bylo naopak zaplnění výrazně vyšší, v tomto místě bylo $29\% \pm 3\%$. Ve středu vzorku byla hodnota zaplnění $22\% \pm 2\%$,



Obr. 3.3.4.9 Graf zaplnění vzorku č. 6.

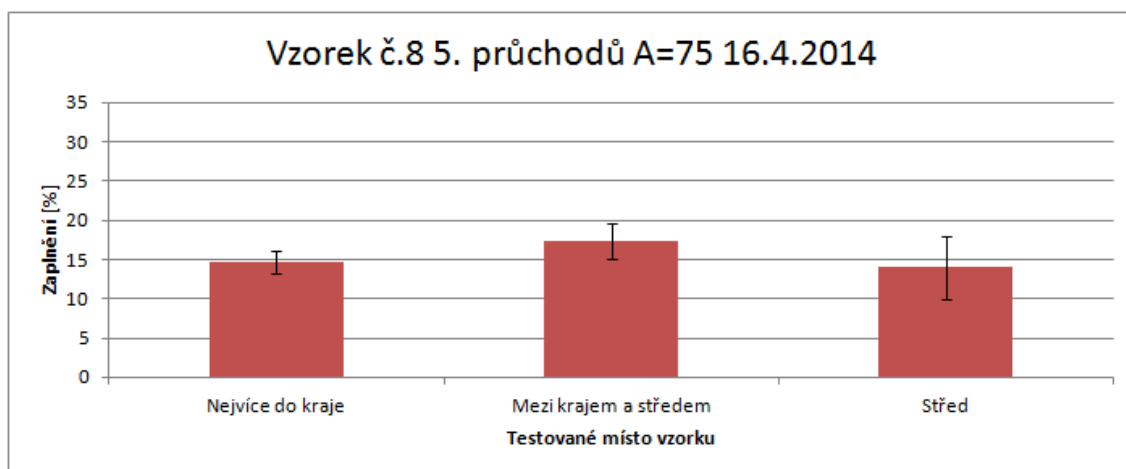
Z hodnot v grafu na obrázku 3.3.4.10 lze pozorovat, že u vzorku č. 7 bylo zaplnění ve všech místech celkem vyrovnané. V místě nejvíce do kraje bylo zaplnění plochy vzorku částicemi aktivního uhlí $16\% \pm 3\%$. V místě mezi krajem a středem bylo zaplnění necelých $17\% \pm 2\%$. Ve středu vzorku bylo zaplnění menší, nedošlo ovšem k velkému výkyvu. Zaplnění v tomto místě bylo $14\% \pm 3\%$.



Obr. 3.3.4.10 Hodnota zaplnění vzorku č. 7.

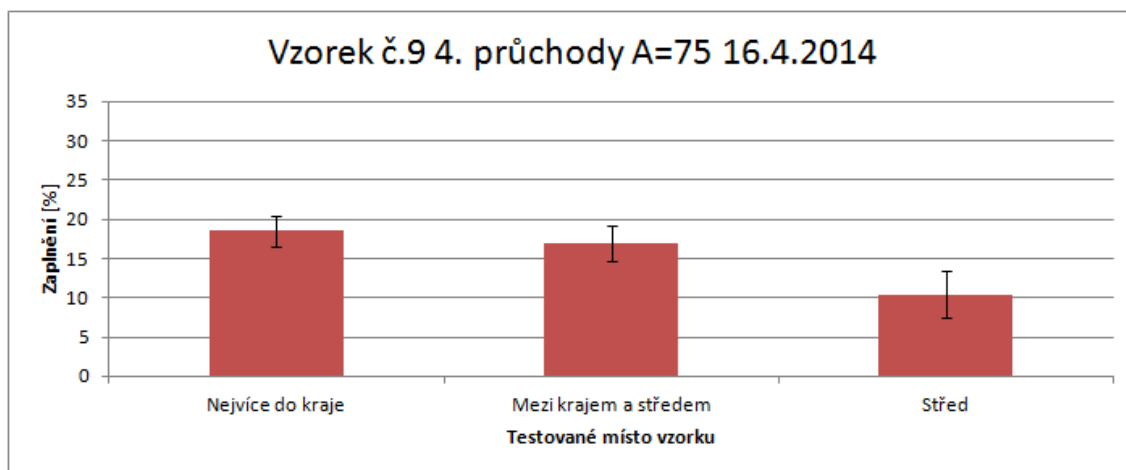
Pro vzorek č. 8 jsou hodnoty znázorněny na obrázku v grafu 3.3.4.11. I u tohoto vzorku lze pozorovat celkem vyrovnané zaplnění. Zaplnění v místě nejvíce do kraje

bylo $15\% \pm 1\%$, v místě mezi krajem a středem zaplnění bylo $17\% \pm 2\%$ a ve středu vzorku zaplnění bylo $14\% \pm 4\%$.



Obr. 3.3.4.11 Hodnota zaplnění vzorku č. 8.

Z naměřených hodnot na obrázku v grafu 3.3.4.12 vzorku č. 9, lze pozorovat sestupné zaplnění. V místě nejvíce do kraje bylo zaplnění přes $18\% \pm 2\%$. V místě mezi krajem a středem bylo změřeno zaplnění necelých $17\% \pm 2\%$. Ve středu vzorku zaplnění činilo pouhých $10\% \pm 3\%$.



Obr. 3.3.4.12 Hodnota zaplnění vzorku č. 9.

Číslo vzorku	Místo nejvíce do kraje	Místo mezi krajem a středem	Místo ve středu vzorku
Vzorek č. 1	26% ± 7%	27% ± 2%	23% ± 9%
Vzorek č. 2	22% ± 2%	17% ± 5%	15% ± 6%
Vzorek č. 3	24% ± 2%	23% ± 3%	22% ± 1%
Vzorek č. 4	12% ± 3%	15% ± 6%	25% ± 3%
Vzorek č. 5	22% ± 2%	23% ± 3%	18% ± 3%
Vzorek č. 6	15% ± 1%	29% ± 3%	22% ± 2%
Vzorek č. 7	16% ± 3%	17% ± 2%	14% ± 3%
Vzorek č. 8	15% ± 1%	17% ± 2%	14% ± 4%
Vzorek č. 9	18% ± 2%	17% ± 2%	10% ± 3%

Tabulka 3.3.4.13 Průměrné zaplnění jednotlivých snímků.

Získané výsledky zaplnění v tabulce 3.3.4.13 jsou pouze v ploše vrstvy, kterou lze pomocí snímku pozorovat. Malé hodnoty zaplnění tedy nemusí znamenat nutně malé zaplnění vzorku. Pro úplné zaplnění je nutné provést měření v celé vrstvě vzorku.

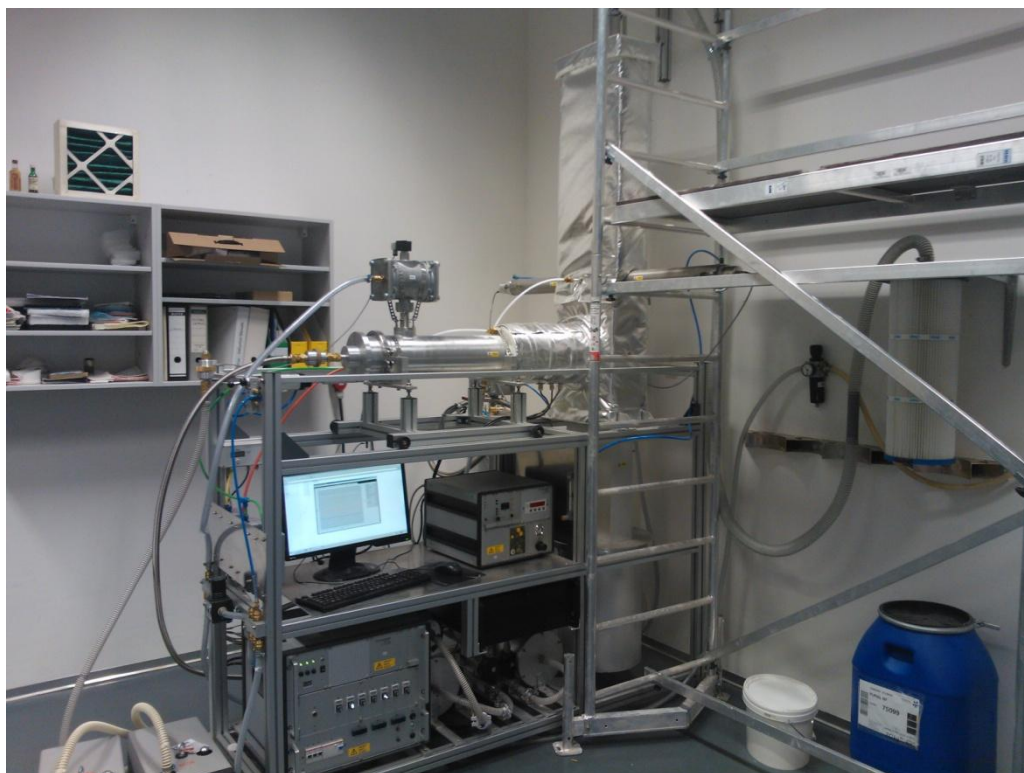
3.3.5 Měření úbytku hmotnosti

Měření úbytku hmotnosti vlivem proudu vzduchu probíhalo v laboratoři CXI TUL na testovacím filtračním zařízení pro spalínové filtry, které je znázorněno na obrázku 3.3.5.1. Testovací zařízení umožňuje použití teploty až 250°C a přísypávání pomocných prášků k testování. Při tomto testu byla teplota zařízení nastavena na 22°C.

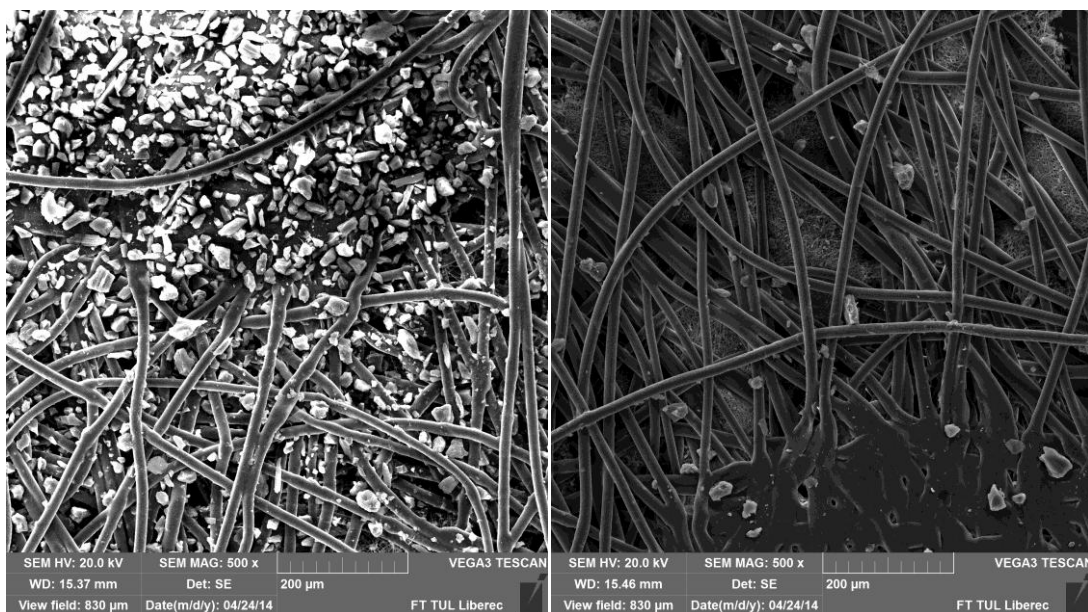
Pro testování byly použity zalaminované vzorky ve dvou netkaných textiliích typu spunbond. Na obrázku 3.3.5.2 A je zobrazen nedokonale zalaminovaný vzorek č. 1, na obrázku 3.3.5.2 B je naopak znázorněn dobře zalaminovaný vzorek č. 2. Zbylé zalaminované snímky jsou v příloze číslo 3. Laminace všech vzorků byla provedena za pomoci laminovacího zařízení Meyer RPS mini kontinuální, s přtlakem 10 N/cm², rychlostí 2 m/s. při teplotě cca. 135°C.

Pro měření úbytku hmotnosti byl u každého testovaného vzorku vyříznut kruh o průměru 15 cm, který se zvažil a následně připevnil do držáku a umístil do zařízení. K zamezení usazení prachu na testovaných vzorcích byl použit prachový filtr umístěný před testovaným vzorkem. Rychlost proudění vzduchu byla nastavena na 5 m/s. Délka testu u všech vzorků byla 30 minut, a v případě prvního vzorku byl proveden test, který

trval 5 hodin. Tento test ovšem nepřinesl pozitivní výsledky kvůli tomu, že došlo k porušení prachového filtru a následnému usazení prachu na testovaném vzorku.



Obr. 3.3.5.1 Zařízení pro testování spalinových filtrů. [Pořízeno v CXI TUL].



A)

B)

Obr. 3.3.5.2 Snímky zalaminovaných vzorků. A) Vzorek č. 1, u kterého došlo k nejvyššímu úbytku hmotnosti. B) Vzorek č. 2, u kterého došlo k nejmenšímu úbytku hmotnosti. Všechny snímky jsou s měřítkem 200 μm .

Test probíhal tím způsobem, že nejdříve se zvažil testovaný vzorek v klimatizované komoře, který se umístil na třicet minut do zařízení. Během této doby vzorkem proudil vzduch a vyfoukával částice aktivního uhlí umístěné ve vzorku. Po uplynutí třiceti minut se vzorek vyndal, znovu zvažil a vypočítal se procentuální úbytek hmotnosti.

Číslo vzorku	Hmotnost před foukáním	Hmotnost po foukání	Procentuální úbytek
Vzorek č. 1	0,8302 g	0,8049 g	3,047%
Vzorek č. 2	0,8146 g	0,8063 g	1,02%
Vzorek č. 3	0,7952 g	0,7798 g	1,94%
Vzorek č. 4	0,8346 g	0,8230 g	1,39%
Vzorek č. 5	0,8108 g	0,7997 g	1,37%
Vzorek č. 6	0,7793 g	0,7568 g	2,89%
Vzorek č. 7	0,7767 g	0,7537 g	2,96%
Vzorek č. 8	0,8450 g	0,8357 g	1,1%
Vzorek č. 9	0,8077 g	0,7952 g	1,55%

Tabulka 3.3.5.3 Data hmotnosti před a po foukání.

Z tabulky 3.3.5.3 lze pozorovat, že největší procentuální úbytek hmotnosti nastal u vzorku č. 1. Tento vzorek byl nejvíce zaplněn a obsahoval největší částice aktivního uhlí. Druhý největší úbytek hmotnosti nastal u vzorku č. 7 a v pořadí třetí největší úbytek nastal u vzorku č. 6. U těchto třech vzorků byl úbytek hmotnosti okolo tří procent. U dalších testovaných vzorků nastal úbytek hmotnosti pouze do dvou procent.

Diskuse výsledků

Charakterizované vzorky byly časově vyrobené třemi sériemi, při každé výrobní sérii došlo ke změně umístěním sonotrody. V první sérii byla sonotroda v základní poloze. Ve druhé sérii došlo k nahnutí elektrody a při třetí sérii byla sonotroda posunuta k dopravniku tak aby nanášené částice zatlačila do zvlákněného materiálu.

Pro charakterizaci vzorků byla provedena série měření. První měření bylo průměrů nanovláken. Při tomto měření bylo zjištěno, že průměr vyráběných vláken souvisí s tím, v jaké sérii byla nanovláknena vyráběna. Ve druhé sérii byla vyrobena vlákna s největším průměrem. Ve třetí sérii byla vyráběna vlákna s nejmenším průměrem. Průměr vláken z první série byl téměř o polovinu menší než u vláken z druhé série.

Další měření vedlo ke zjištění rozložení částic aktivního uhlí. Během toho bylo zjištěno, že částice u vzorků vyrobených při prvních dvou sériích jsou rozprostřeny velice často nerovnoměrně, pouze v pár případech došlo k takřka ideálnímu rozložení. Při nerovnoměrném rozložení se stejně velké částice shlukují a vytvářejí tím místa, kde jsou pouze malé nebo velké částice. Vnikají však i místa, která nejsou vůbec zaplněna. Pokud došlo k téměř ideálnímu rozložení, nevznikala místa, kde se částice shlukují, místo toho došlo k promíchání různě velikých částic. U vzorků vyrobených během třetí série bylo rozložení částic lepší než v předchozích dvou sériích. Částice jsou u těchto vzorků rozprostřeny po celé ploše a velikostně jsou promíchány. Při nanášení vzniklo pouze pár míst, které jsou méně zaplněny.

Dále bylo provedeno měření plochy částic aktivního uhlí. Toto měření vedlo ke zjištění, že velikostně jsou částice rozloženy nerovnoměrně. Velikost se u některých vzorků liší i u jednotlivých míst, kde jsou velké výkyvy ve velikosti. V podstatě byly vyrobeny pouze dva vzorky, u kterých byla velikost částic ve všech místech stejná, a to vzorek č. 6 a vzorek č. 7.

Měření zaplnění vedlo ke zjištění, že vzorky č. 1, č. 3, č. 5, č. 7 a č. 8 měly ve všech místech přibližně stejnou hodnotu zaplnění částicemi aktivního uhlí. Hodnota zaplnění

vzorků č. 2, č. 4, č. 6 a č. 9 ovšem byla velice rozdílná a lišila se v každém místě onoho vzorku.

Pro měření úbytku hmotnosti byla využita spolupráce s Ing. Jakubem Hrůzou, Ph.D., který poskytl zařízení pro měření účinnosti spalínových filtrů. Z tohoto měření byly získány hodnoty úbytku hmotnosti, které jsou příznivé. V konzultaci s Ing. Jakubem Hrůzou, Ph.D., podle kterého je filtr účinný pokud nenastane úbytek hmotnosti o více než tři procenta.

Závěr

Tato práce se zabývala charakteristikou vyrobených elektrostaticky zvlákněných nanovláken s integrovanými částicemi aktivního uhlí, které by mohli nahradit aktivní část v ochranných oděvech, která má za úkol na svůj povrch zachytit chemické zbraně.

Charakterizace vzorků vedla ke zjištění, že vyrobené vzorky při první a druhé sérii jsou z velké části nerovnoměrné. Při charakterizaci třetí série vzorků, u které došlo ke změně dávkovacího zařízení, bylo zjištěno u všech vzorků rovnoměrnější rozložení částic aktivního uhlí a rovnoměrnější zaplnění částicemi aktivního uhlí. Úprava umístění sonotrody v třetí sérii tedy vedla ke zlepšení rovnoměrnosti vyráběné vrstvy.

Pro další charakteristiku navrhuji použití BET analýzy pro zjištění zaplnění v celém vzorku. Dále navrhuji statisticky přesný odběr vzorků ve větším množství pro získání většího množství údajů a tím získání přesnějších dat.

A samozřejmě přímo otestovat účinnost v zachycení chemických zbraní. Například pomocí yperitu na vyrobených vzorcích.

Použitá literatura:

[1] RENEKER, Darell H. Polymeric nanofibers. 1. Vyd. Washington, DC : American Chemical Society, 2006. 224s. ISBN 978-0-84-123919-7.

[2] Ramakrishna S, Fujihara K, Teo W-E, Lim TC, Ma Z. An introduction to electrospinning and nanofibers. Singapore: World Scientific Publishing; 2005.

[3] Polymer Physics Laboratory, Electrospinning [online]. [cit. 13. dubna 2014]. Dostupné na World Wide Web: <<http://ppl.ippt.pan.pl/18-few-words-about/17-electrospinning>>.

[4] Yang Y., Jia Z., Li Q., Hou L., Liu J., Wang L., Guan Z., Zahn M., A Shield Ring Enhanced Equilateral Hexagon Distributed Multi-needle Electrospinning Spinneret. Dielectrics and Electrical Insulation, IEEE Transactions on, 2010, vol. 17, no. 5, p. 1592–1601.

[5] Orr E. D., Moore F. W., Needle-to-Needle Electrospinning : Patent number: 20120141656, 2012.

[6] Yener F., Yalcinkaya B., Jirsak O. New Measurement Methods For Studying Of Mechanism Of Roller Electrospinning, Brno; 2013.

[7] Elmarco. Electrospinning technology [online]. [cit. 10. dubna 2014]. Dostupné na World Wide Web: <<http://www.elmarco.com/electrospinning/electrospinning-technology/>>.

[8] Yener F., Jirsak O., Comparison between the Needle and Roller Electrospinning of Polyvinylbutyral. Journal of Nanomaterials, vol. 2012.

[9] Wang X., Niu H., Wang X., Lin T. Needleless Electrospinning of Uniform Nanofibers Using Spiral Coil Spinnerets : Journal of Nanomaterials, 2012, 9 s.

[10] NPTEL. Textile Engineering - High Performance and Specialty Fibres [online]. [cit. 11. dubna 2014]. Dostupné na World Wide Web: <<http://14.139.160.15/courses/116102006/20>>.

[11] ElectrospinTech. Melt Electrospinning [online]. c2013, last revision 8th of February 2014 [cit. 11. dubna 2014]. Dostupné na World Wide Web: <<http://electrospintech.com/meltspin.html>>.

[12] Willemse C. A. Electrospinning Bicomponent Nanofibres for Platinum Ion Extraction from Acidic Solutions : Dissertation. Stellenbosch : Stellenbosch University, Faculty of Natural Sciences, 2013. 102 p. Supervisor: Dr Anton E. Smit.

[13] ElectrospinTech. Free Surfaces [online]. c2012, last revision 13th of March 2014 [cit. 11. dubna 2014]. Dostupné na World Wide Web: < <http://electrospintech.com/free-surface.html>>.

[14] Niu H., Wang X., Lin T., Needleless Electrospinning: Developments and Performances. Nanofibers – Production, Properties and Functional Applications, 2011, p. 17-36.

[15] Green B. T., King L. S., Li L., Filtration medias, fine fibers under 100 nanometers, and methods : Patent number: 20130313736, 2013.

[16] Yarin L. A., Zussman E., Upward needleless electrospinning of multiple nanofibers. Polymer, 2004, vol. 45, p. 2977-2800.

[17] Forward M. K., Rutledge C. G., Free surface electrospinning from a wire electrode. Chemical Engineering Journal, 2012, vol. 183, p. 492-503.

[18] Liu Y., He J. H., Yu Y. J., Bubble-Electrospinning: A Novel Method for Making Nanofibers. Journal of Physics: Conference Series, 2008, vol. 96.

[19] Isis Innovation, Commercial Nanofibre Production - Stellenbosch University - Isis Innovation Success Stories [online]. [cit. 13. dubna 2014]. Dostupné na World Wide Web: <http://www.isis-innovation.com/news/successstories/StellenboschUniversity.html>.

[20] Thoppey M. N., Bochinski R. J., Clarke I. L., Gorga E. R., Unconfined fluid electrospun into high quality nanofibers from a plate edge. *Polymer*, 2010, vol. 51, p. 4928-4936.

[21] Thoppey M. N., Bochinski R. J., Clarke I. L., Gorga E.R., Edge electrospinning for high throughput production of quality nanofibers. *Nanotechnology*, 2011, vol. 22.

[22] Li Z, Wang C. One-Dimensional nanostructures: Electrospinning Technique and Unique Nanofibers. 1. vyd. Heidelberg; New York, NY; Dordrecht; London; [Berlin] : Springer; 2013. 141 s. ISBN 978-3-642-36426-6.

[23] Wu Y, Liao I. C., Kennedy S. J., Du J., Wang J., Leong K.W., Clark R.L. Electrosprayed core-shell microspheres for protein delivery. *Chemical Communications*, 2010, vol. 46, s. 4743-4745.

[24] Nitanan T, Opanasopit P, Akkaramongkolporn P, Rojanarata T, Ngawhirunpat T, Supaphol P. Effects of processing parameters on morphology of electrospun polystyrene nanofibers. *Korean Journal of Chemical Engineering*, 2012, vol. 29, p. 173-181.

[25] TAO, Jing. Effects of Molecular Weight and Solution Concentration on Electrospinning of PVA : Master of Science, Worcester Polytechnic Institute, 2013. 96s.

[26] Nandana Bhardwaj, Subhas C. Kundu. Electrospinning: A fascinating fiber fabrication technique. *Biotechnology Advances*, 2010, vol. 28, p. 325-347.

[27] Pham Q. P., Sharma U, Mikos A. G. Electrospinning of Polymeric Nanofibers for Tissue Engineering Applications: A Review. *Tissue Engineering*, 2006, vol. 12, no. 5, p. 1197-1211.

[28] Beachley V, Wen X. Effect of electrospinning parameters on the nanofiber diameter and length. *Materials Science and Engineering: C*, 2009, vol. 29, p. 663-668.

[29] Kumar P. Effect of collector on electrospinning to fabricate aligned nanofiber : bakalářská práce. Rourkela : National Institutes of Technology, Department of Biotechnology & Medical Engineering, 2012. 40 l., vedoucí bakalářské práce Amit Biswas.

[30] Chowdhury M, Stylios G. Effect of Experimental Parameters on the Morphology of Electrospun Nylon 6 fibres : *International Journal of Basic and Applied Sciences*, 2010, vol. 10, no. 6, p. 70-78.

[31] Qin H. X., Wang Y. S., Filtration Properties of Electrospinning Nanofibers. *Journal of Applied Polymer Science*, 2006, vol. 102, p. 1285-1290.

[32] Nafigate, How can nanofibers change our lives in liquid filtration? [online]. [cit. 21. dubna 2014]. Dostupné na World Wide Web: <<http://www.nafigate.com/en/section/portal/app/portal-article/detail/4410-how-can-nanofibers-change-our-lives-in-liquid-filtration>>.

[33] Prachi, Gautam P., Madathil D., Brijesh N. A., Nanotechnology in Waste Water. *International Journal of ChemTech Research*, 2013, vol. 5, no. 5, p. 2303-2308.

[34] Saliby E. I. J., Shon K. H., Kandasamy J., Vigneswaran S., Nanotechnology for Wastewater Treatment: In Brief. *WATER AND WASTEWATER TREATMENT TECHNOLOGIES*. 2008.

[35] Penn State Industries, Nanofiber Cyclone Dust Collector Filters: 36in long by 14in dia at Penn State Industries [online]. [cit. 21. dubna 2014]. Dostupné na World Wide Web: <<http://www.pennstateind.com/store/CYFN36.html?prodpage=1CY>>.

[36] Wertz J., Schnieders I., Advantages Of A New And Advanced Nanofiber Coating Technology For Filtration Media Compared to The Electrospinning Process. Hollingsworth & Vose Company, 2008.

[37] Nanowerk, Novel use of polymer nanofibers as filters for chemical warfare defense [online]. c2006, last revision 12th of June 2006 [cit. 21. dubna 2014]. Dostupné na World Wide Web: <<http://www.nanowerk.com/spotlight/spotid=555.php>>.

[38] NRL, NRL Develops Polymer Nanofibers for Chemical and Biological Decontamination [online]. c2013, last revision 27th of March 2013 [cit. 21. dubna 2014]. Dostupné na World Wide Web: <<http://www.nrl.navy.mil/media/news-releases/2013/nrl-develops-polymer-nanofibers-for-chemical-and-biological-decontamination>>.

[39] Freudenberg Nonwovens, Adsorptive Layer for CBRN Suits [online]. [cit. 3. května]. Dostupné na World Wide Web: <<http://www.freudenberg-nw.com/en/solutions/Pages/Adsorptives-CBRN.aspx>>.

[40] Gopalakrishnan D., Nithiyakumar M., Nayak A., Development of chemical protective clothing [online]. [cit. 3. května 2014]. Dostupné na World Wide Web: <<http://www.fibre2fashion.com/industry-article/1/85/development-of-chemical-protective-clothing1.asp>>.

[41] CAMPBELL, Flake C. Manufacturing Processes for Advanced Composites. 1 vyd. St. Louis, Missouri : Elsevier, 2003. 532 s. ISBN 978-1-85617-415-2.

[42] Czaplicki Z., A New Method and Equipment for Manufacturing New Adsorptive Materials with Active Carbon Content, FIBRES & TEXTILES in Eastern Europe, 2006, vol. 14, no. 4., p. 74-78.

[43] Balamurugan R., Sundarrajan S., Ramakrishna S., Recent Trends in Nanofibrous Membranes and Their Suitability for Air and Water Filtrations. Membranes, 2011, vol. 1, p. 232-248.

Seznam obrázků

Obr. 2.1 Schéma procesu elektrostatického zvlákňování. Převzato z [2].....	10
Obr. 2.2.1.1 Schéma elektrostatického zvlákňování pomocí jehly. [3].....	11
Obr. 2.2.1.2 A) Schéma více jehlového zvlákňování. B) Vytvořené šestihrany z urovnaných zvlákňovacích jehel. [4].....	12
Obr. 2.2.1.3 Elektrostatické zvlákňování od jehly k jehle. [5].....	13
Obr. 2.2.2.1 Válečkové zvlákňování. [8].....	14
Obr. 2.2.2.2 Zvlákňování pomocí spirály. Na obrázku A je znázorněn drát stočen do spirály, na obrázku B je zachyceno zvlákňování pomocí spirály. [9].....	15
Obr. 2.2.2.3 Schéma elektrostatického zvlákňování pomocí disku. [10].....	16
Obr. 2.2.2.4 A) Fotografie zachyceného zvlákňování z elektricky nabitě koule. [12] B) Použití více koulí ke zvýšení výrobnosti. [13].....	16
Obr. 2.2.2.5 Schéma elektrostatického zvlákňování pomocí rotujícího kužele. [14].....	17
Obr. 2.2.2.6 A) Vaničky, každá s vlastním řetízem. B) Detail řetízku s korálky. [15].	18
Obr. 2.2.2.7 Vanička s feromagnetickou kapalinou a polymerním roztokem. [16].....	18
Obr. 2.2.2.8 Schéma zvlákňování pomocí strunového válečku. [17].....	19
Obr. 2.2.2.9 Zachycený výtrysk několika trysek z bubliny. [19].....	20
Obr. 2.2.2.10 Kuželovitá elektroda s polymerním roztokem. [14].....	20
Obr. 2.2.2.11 A) Zvlákňování pomocí jedné nakloněné desky. B) Zvlákňování pomocí více nakloněných desek. [20].....	21
Obr. 2.2.2.12 Zvlákňování z misky. [21].....	22
Obr. 2.3.1.1 A) Elektrosprejování [22], B) Směs kuliček a vláken, C) Nanovlákná, D) Mikrovlákná [23].....	23
Obr. 2.3.1.2 Porovnání polyvinylalkoholu o konstantní koncentraci 9hm%. A) Vlákná s M_w 50000-85000 g/mol. B) Vlákná s M_w 124000-1860000 g/mol. [25].....	24
Obr. 2.3.2.3 Druhy kolektorů. A) Kolektor z drátěného pletiva. B) Kolektor z lišt. [29].....	26
Obr. 2.4.2.1 Prachový filtr s použitím nanovláken. [35].....	28
Obr. 2.4.2.2 Filtr po pulzním čištění. Levá část filtru byla potažena nanovlákenou vrstvou u které došlo k odstranění prachu, pravá část nebyla upravena a vrstva prachu se pouze protrhala. [36].....	29
Obr. 2.4.3.1 Aktivní uhlí absorbuje toxické látky. [37].....	30
Obr. 2.5.1 Složení ochranného oděvu. [40].....	31

Obr. 2.5.2 Schéma zařízení pro dávkování aktivního uhlí na prostřední vrstvu. [42].	32
Obr. 2.5.3 Schéma elektrostatického zvlákňování a elektrostatického rozprašování. [43].	32
Obr. 3.2.1 Laboratorní zařízení pro zvlákňování z hladkého válečku [Obrázek pořízen v laboratoři CXI TUL]. Zařízení se skládá z: 1) válečku ve vaničce s polymerním roztokem, 2) sonotrody, 3) dávkovacího zařízení částic aktivního uhlí, 4) dopravníku.	34
Obr. 3.3.1 Způsob odebrání vzorků z vyrobeného vzorku č. 4.	36
Obr. 3.3.2 A) Snímek při zvětšení 100x s měřítkem 1mm. B) Snímek se zvětšením 500x s měřítkem 200 μm . C) Snímek při zvětšení 5000x s měřítkem 20 μm .	36
Obr. 3.3.1.1 Měření průměru vláken pomocí programu Lucia G	37
Obr. 3.3.1.3 Slepý vzorek. A) Místo nejvíce do kraje. B) Místo mezi krajem a středem. C) Střed. Všechny snímky mají měřítko 20 μm .	38
Obr. 3.3.2.1 Rozložení částic aktivního uhlí. A) Místo nejvíce do kraje. B) Místo mezi krajem a středem. C) Střed vzorku. Všechny snímky mají měřítko 1 mm.	39
Obr. 3.3.2.2 Detail shlukujících se částic vzorku č. 1 v místě nejvíce do kraje. Měřítka tohoto snímku je 200 μm .	39
Obr. 3.3.2.3 Rozložení částic vzorku č. 2. A) Místo nejvíce do kraje. B) Místo mezi krajem a středem. C) Střed vzorku s viditelnými prázdnými místy. Všechny snímky mají měřítko 1 mm.	40
Obr. 3.3.2.4 Rozložení částic aktivního uhlí u vzorku č. 3. A) Místo nejvíce do kraje. B) Místo mezi krajem a středem. C) Střed vzorku. Všechny snímky mají měřítko 1 mm.	41
Obr. 3.3.2.5 Rozložení částic aktivního uhlí vzorku č. 4. A) Místo nejvíce do kraje. B) Místo nejvíce do kraje. C) Střed vzorku. Všechny snímky mají měřítko 1 mm.	41
Obr. 3.3.2.6 Rozložení částic aktivního uhlí vzorku č. 5. A) Místo nejvíce do kraje. B) Místo nejvíce do kraje. C) Střed vzorku. Všechny snímky mají měřítko 1 mm.	42
Obr. 3.3.2.7 Rozložení částic aktivního uhlí vzorku č. 6. A) Místo nejvíce do kraje. B) Místo nejvíce do kraje. C) Střed vzorku. Všechny snímky mají měřítko 1 mm.	43
Obr. 3.3.2.8 Rozložení částic aktivního uhlí vzorku č. 7. A) Místo nejvíce do kraje. B) Místo nejvíce do kraje. C) Střed vzorku. Všechny snímky mají měřítko 1 mm.	43
Obr. 3.3.2.9 Rozložení částic aktivního uhlí vzorku č. 8. A) Místo nejvíce do kraje. B) Místo nejvíce do kraje. C) Střed vzorku. Všechny snímky mají měřítko 1 mm.	44
Obr. 3.3.2.10 Detail promíchaných částic ve vzorku č. 8 v místě nejvíce do kraje. Měřítka u tohoto snímku je 200 μm .	44

Obr. 3.3.2.11 Rozložení částic aktivního uhlí vzorku č. 9. A) Místo nejvíce do kraje. B) Místo nejvíce do kraje. C) Střed vzorku. Všechny snímky mají měřítko 1 mm.....	45
Obr. 3.3.4.1 Prahování podle RGB pomocí softwaru Lucia G.....	46
Obr. 3.3.4.2 Graf hodnot zaplnění vzorku č. 1.....	47
Obr. 3.3.4.3 Rozdíl v zaplnění u dvou snímků. A) Zaplnění snímku jedna v místě nejvíce do kraje. B) Zaplnění druhého snímku ve středu vzorku.....	47
Obr. 3.3.4.4 Graf hodnot zaplnění pro vzorek č. 2.....	48
Obr. 3.3.4.5 Graf s velice vyváženými hodnotami zaplnění u vzorku č. 3.....	49
Obr. 3.3.4.6 Graf hodnot zaplnění, vstupují od místa nejvíce do kraje ke středu vzorku.....	49
Obr. 3.3.4.7 Rozdíl v zaplnění. A) Větší zaplnění vzorku. B) Menší zaplnění vzorku...	50
Obr. 3.3.4.8 Graf zaplnění vzorku č. 5.....	50
Obr. 3.3.4.9 Graf zaplnění vzorku č. 6.....	51
Obr. 3.3.4.10 Hodnota zaplnění vzorku č. 7.....	51
Obr. 3.3.4.11 Hodnota zaplnění vzorku č. 8.....	52
Obr. 3.3.4.12 Hodnota zaplnění vzorku č. 9.....	52
Obr. 3.3.5.1 Zařízení pro testování spalínových filtrů. [Pořízeno v CXI TUL].....	54
Obr. 3.3.5.2 Snímky zalaminovaných vzorků. A) Vzorek č. 1, u kterého došlo k nejvyššímu úbytku hmotnosti. B) Vzorek č. 2, u kterého došlo k nejmenšímu úbytku hmotnosti. Všechny snímky jsou s měřítkem 200 μm	54

Seznam tabulek

Tabulka 3.2.2 Použité proměnné parametry při výrobě vrstev.....	35
Tabulka 3.3.1.2 Střední hodnoty s 95% intervaly spolehlivosti všech měřených vzorků.....	37
Tabulka 3.3.3.1 Střední hodnota velikosti částic s 95% intervalem spolehlivosti.....	45
Tabulka 3.3.4.13 Průměrné zaplnění jednotlivých snímků.....	53
Tabulka 3.3.5.3 Data hmotnosti před a po foukání.....	55

Seznam příloh

Příloha č. 1: Průměry vláken ze všech vzorků

Příloha č. 2: Střední hodnota plochy částic aktivního uhlí všech vzorků.

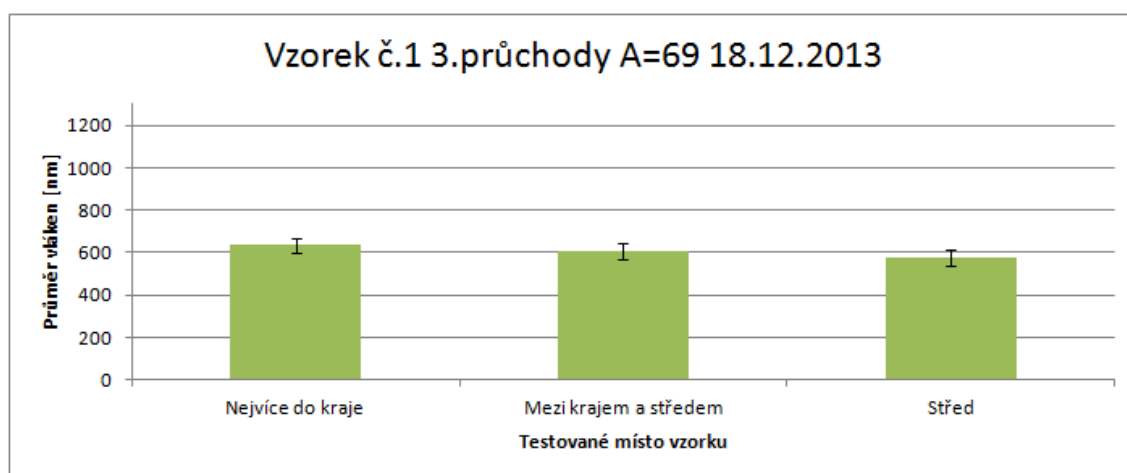
Příloha č. 3: Zalaminované snímky všech vzorků

PŘÍLOHY

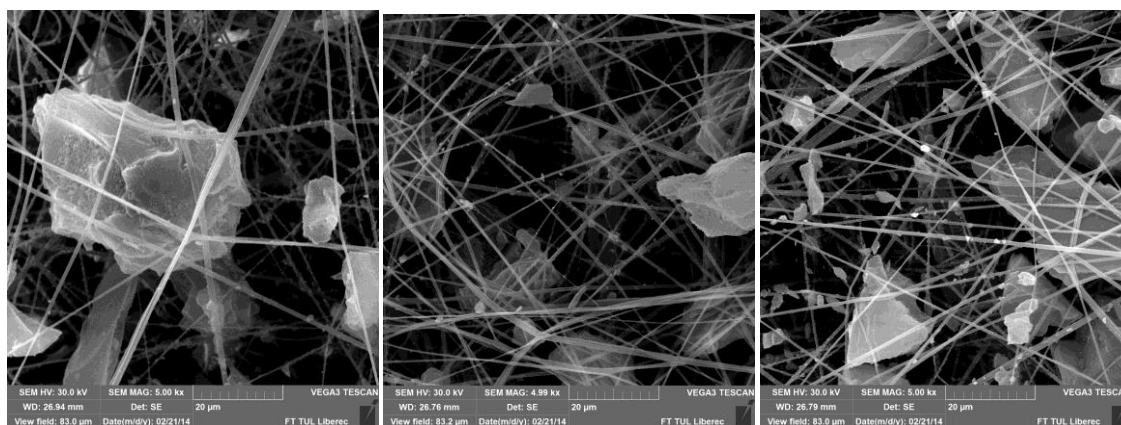
Příloha č. 1: Průměry vláken ze všech vzorků

Vzorek č. 1

U vzorku č. 1 měření průměrů vedlo k získání hodnot, které jsou znázorněny v grafu na obrázku níže. V místě nejvíce do kraje byla střední hodnota změřena na $634 \text{ nm} \pm 34 \text{ nm}$. V místě mezi krajem a středem tato hodnota byla $609 \text{ nm} \pm 39 \text{ nm}$, a ve středu vzorku byla střední hodnota $575 \text{ nm} \pm 40 \text{ nm}$. Z naměřených hodnot je patrné, že průměr vláken se snižoval od kraje vzorku k jeho středu. Na obrázku jsou zobrazeny snímky ze všech třech testovaných míst.



Graf středních hodnot průměrů vláken vzorku č. 1 s chybovými úsečkami.



A)

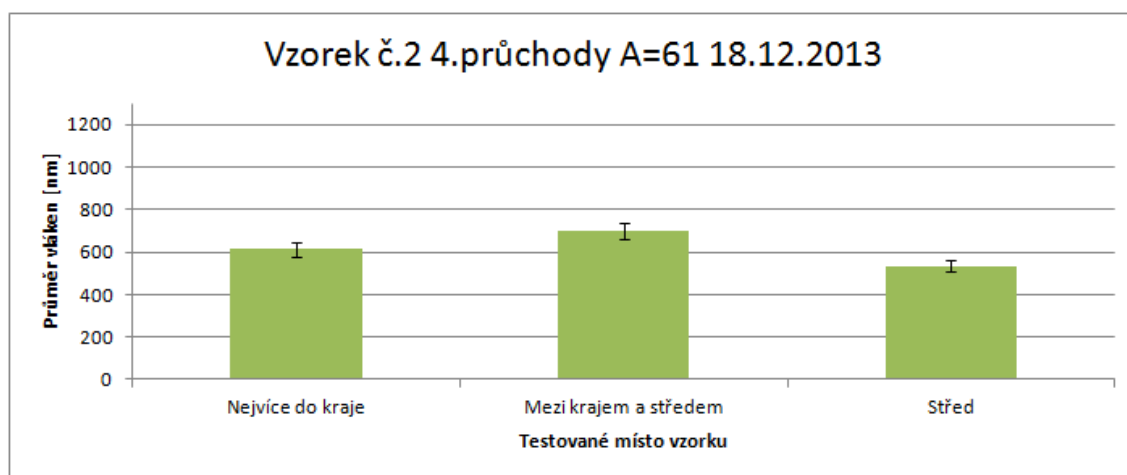
B)

C)

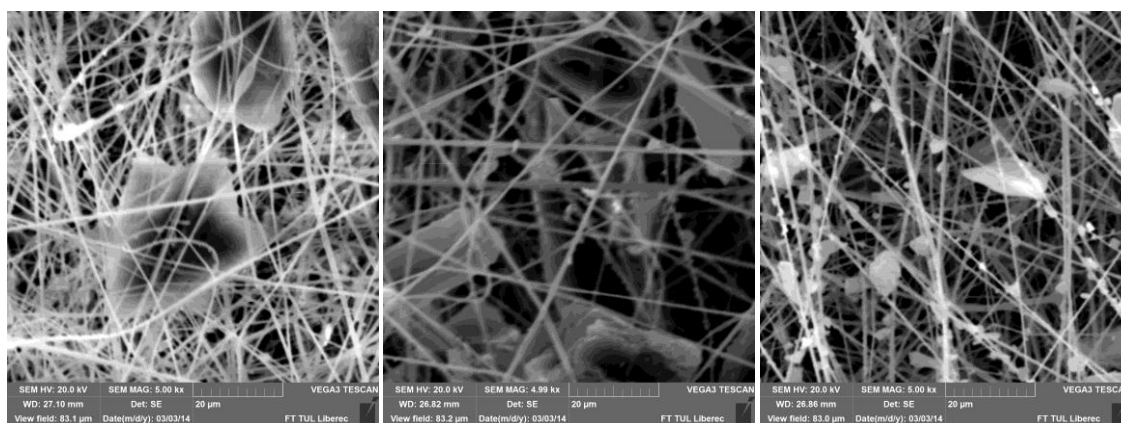
Snímky vláken a aktivního uhlí vzorku č. 1. A) Snímek z místa nejvíce do kraje s měřítkem 2. B) Snímek z místa mezi krajem a středem, C) Snímek ze středu vzorku. Snímky mají měřítko $20 \mu\text{m}$.

Vzorek č. 2

U vzorku č. 2 byla naměřena data znázorněna v grafu na obrázku níže. V místě nejvíce do kraje byla střední hodnota $612 \text{ nm} \pm 38 \text{ nm}$, v místě mezi krajem a středem střední hodnota činila $702 \text{ nm} \pm 37 \text{ nm}$, a ve středu vzorku střední hodnota dosáhla $534 \text{ nm} \pm 25 \text{ nm}$. Získané hodnoty jsou v místech: nejvíce do kraje a středem podobná jako u vzorku č. 1. Výkyv nastal pouze v místě mezi krajem a středem, kde se hodnoty odchylují téměř o 100 nanometrů.



Graf středních hodnot průměrů vláken vzorku č. 2 s chybovými úsečkami.



A)

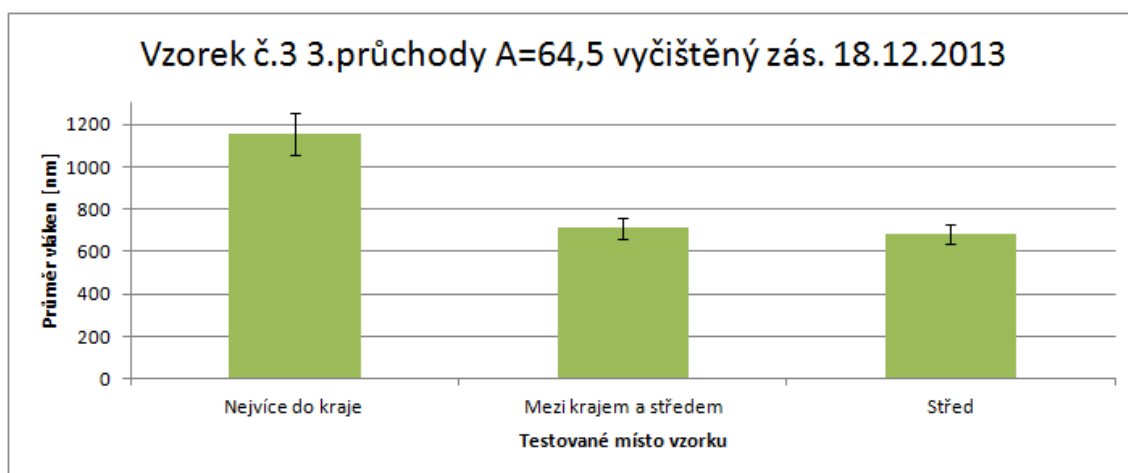
B)

C)

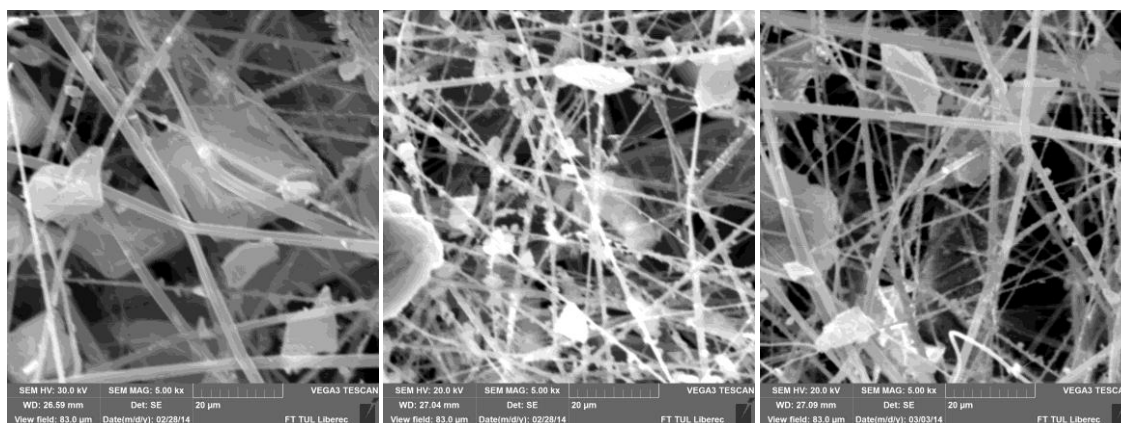
Snímky vláken a aktivního uhlí vzorku č. 2. A) Snímek z místa nejvíce do kraje. B) Snímek z místa mezi krajem a středem, C) Snímek ze středu vzorku. Všechny snímky mají měřítko 20 μm .

Vzorek č. 3

U vzorku č. 3 byl vyčištěný zásobník, data v grafu na obrázku ukazují, že v místě nejvíce do kraje došlo k výrazné změně hodnot střední délky, v tomto místě byla střední hodnota $1156 \text{ nm} \pm 96 \text{ nm}$. V porovnání se vzorkem č. 1 a vzorkem č. 2 je střední hodnota vyšší o více než 500 nanometrů. V místě mezi krajem a středem střední hodnota činila $711 \text{ nm} \pm 51 \text{ nm}$, a ve středu vzorku byla $684 \text{ nm} \pm 43 \text{ nm}$. Na obrázku A jsou vlákna o větším průměru v porovnání s obrázkem B a C patrná na první pohled.



Graf středních hodnot průměrů vláken vzorku č. 3 s chybovými úsečkami.



A)

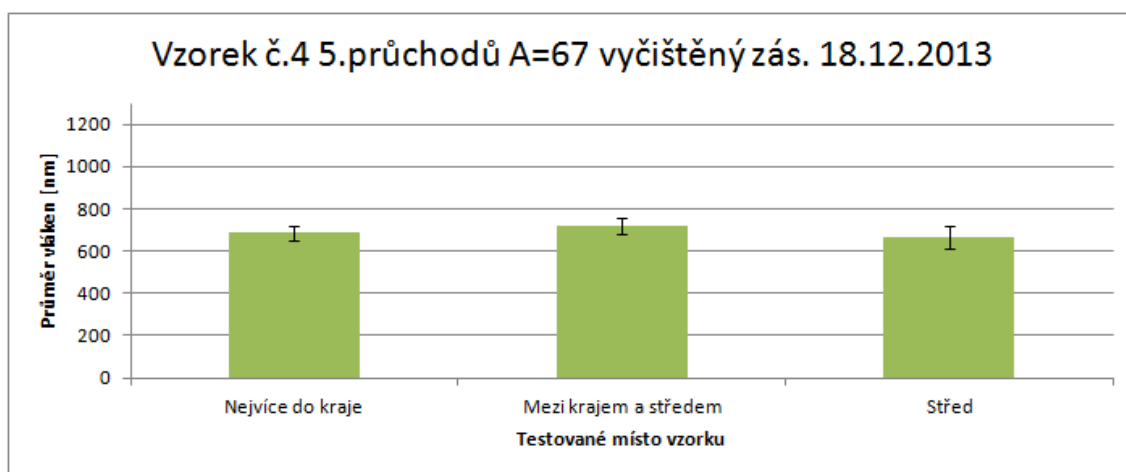
B)

C)

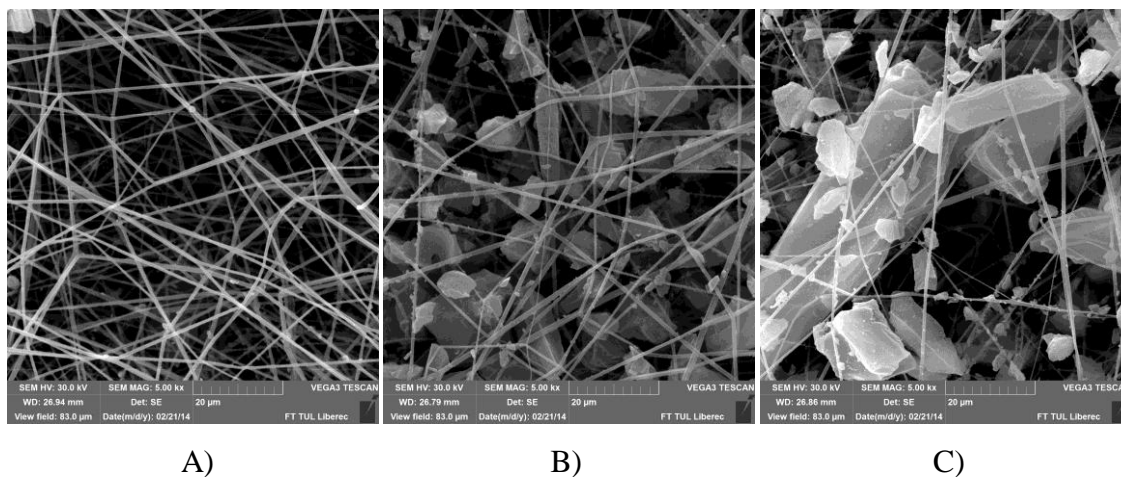
Snímky vláken a aktivního uhlí ze vzorku č. 3. A) Snímek z místa nejvíce do kraje. B) Snímek z místa mezi krajem a středem. C) Snímek ze středu vzorku. Všechny snímky mají měřítko $20 \mu\text{m}$.

Vzorek č. 4

U vzorku č. 4 byl také vyčištěn zásobník, jenže jak ukazují data z grafu na obrázku, při tomto měření nedošlo k výchylce, tak jako u vzorku č. 3. V místě nejvíce do kraje byla střední hodnota $685 \text{ nm} \pm 33 \text{ nm}$, v místě mezi krajem a středem tato hodnota činila $719 \text{ nm} \pm 33 \text{ nm}$, a ve středu vzorku byla střední hodnota $664 \text{ nm} \pm 55 \text{ nm}$.



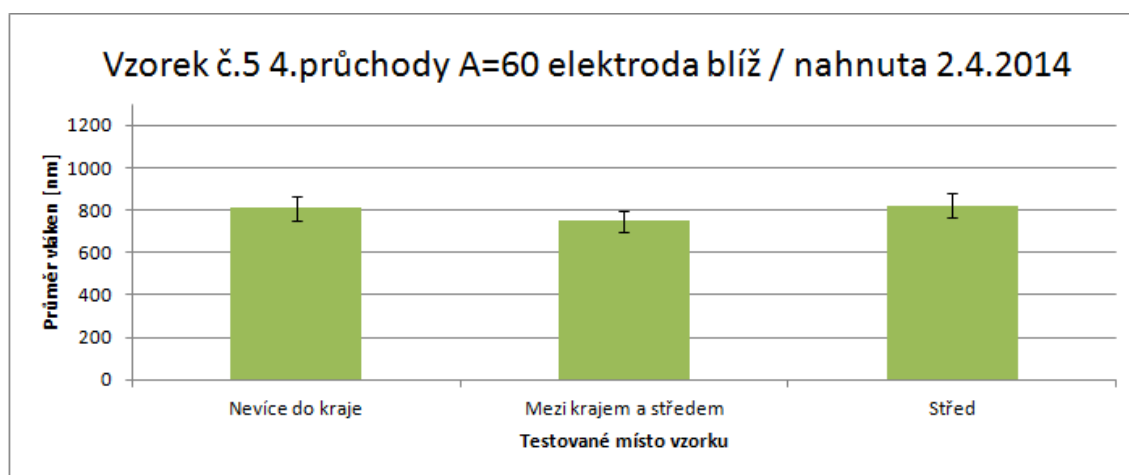
Graf středních hodnot průměrů vláken vzorku č. 4 s chybovými úsečkami.



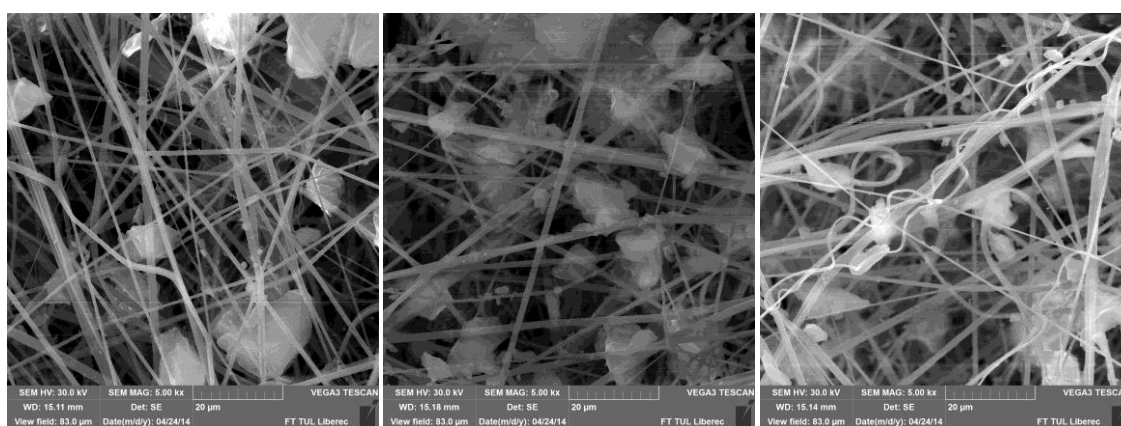
Snímky vláken a aktivního uhlí ze vzorku č. 4. A) Snímek z místa nejvíce do kraje. B) Snímek z místa mezi krajem a středem. C) Snímek ze středu vzorku. Všechny snímky mají měřítko $20 \mu\text{m}$.

Vzorek č. 5

Vzorek č. 5 byl vyroben při druhé sérii výroby vzorků. Tento vzorek byl vyroben se změnou úhlu sonotrody. Průměry nanovláken se u tohoto vzorku výrazně nevychýlil jak je vidět v grafu na obrázku. V místě nejvíce do kraje byla střední hodnota průměru vláken $809 \text{ nm} \pm 56 \text{ nm}$, v místě mezi krajem a středem byla střední hodnota průměru vláken $748 \text{ nm} \pm 50 \text{ nm}$, ve středu vzorku střední hodnota průměru vláken dosáhla hodnoty $823 \text{ nm} \pm 60 \text{ nm}$.



Graf středních hodnot průměrů vláken u vzorku č. 5.



A)

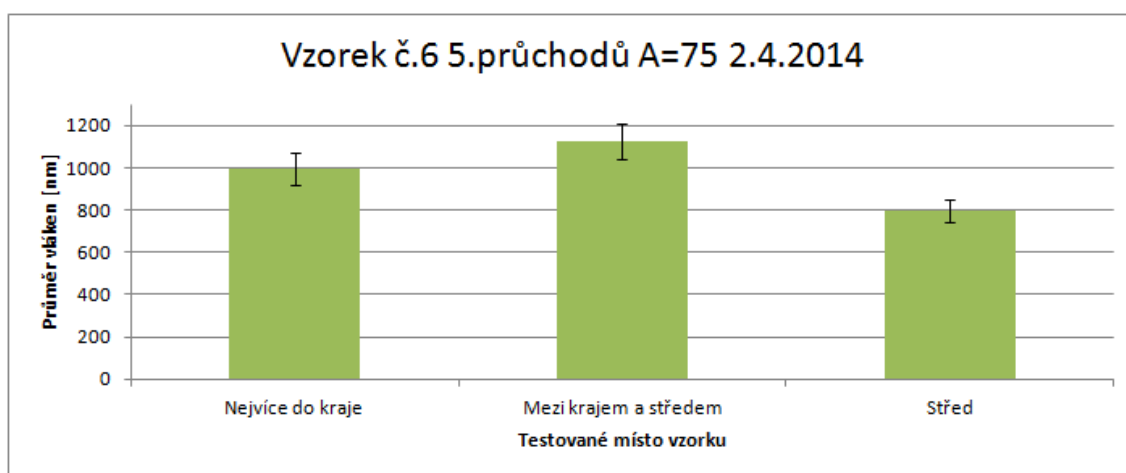
B)

C)

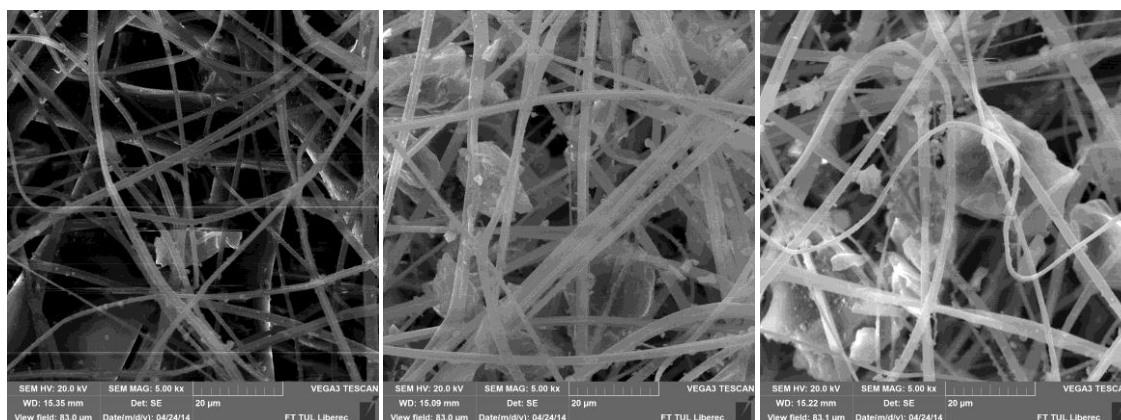
Snímky vláken a aktivního uhlí ze vzorku č. 5. A) Snímek z místa nejvíce do kraje. B) Snímek z místa mezi krajem a středem. C) Snímek ze středu vzorku. Všechny snímky mají měřítko 20 μm .

Vzorek č. 6

U vzorku č. 6, který je také z druhé série, byla sonotroda vrácena zpět do původní polohy. Průměry vláken se v místě nejvíce do kraje a v místě mezi krajem a středem vzorku opět vychýlily oproti ostatním. Jak je znázorněno v grafu na níže uvedeném obrázku, v místě nejvíce do kraje byla střední hodnota průměrů vláken $994 \text{ nm} \pm 79 \text{ nm}$, a v místě mezi krajem a středem byla střední hodnota průměru vláken $1127 \text{ nm} \pm 85 \text{ nm}$. Ve středu vzorku byla střední hodnota průměrů vláken pouze $798 \text{ nm} \pm 53 \text{ nm}$.



Graf středních hodnot průměrů vláken vzorku č. 6.



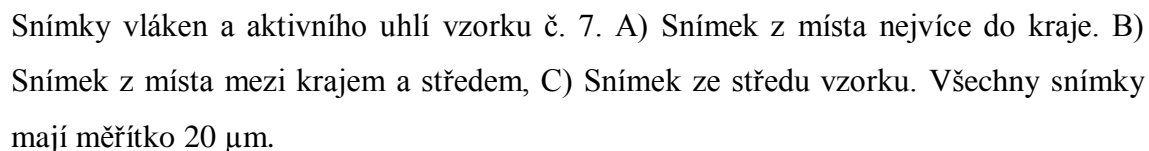
A)

B)

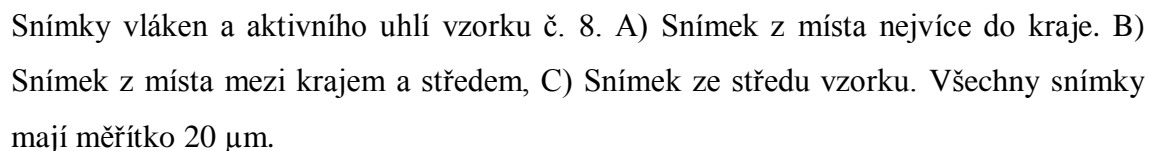
C)

Snímky vláken a aktivního uhlí ze vzorku č. 6. A) Snímek z místa nejvíce do kraje. B) Snímek z místa mezi krajem a středem. C) Snímek ze středu vzorku. Všechny snímky mají měřítko $20 \mu\text{m}$.

Vzorek č. 7 vznikl při třetí sérii výroby vzorků a obsahoval vlákna o průměrech, které jsou zobrazeny v grafu na obrázku pod tímto textem. V místě nejvíce do kraje byla naměřená průměrná hodnota pouze $342 \text{ nm} \pm 46 \text{ nm}$. V místě mezi krajem a středem byla naměřena průměrná hodnota $473 \text{ nm} \pm 45 \text{ nm}$ a ve středu vzorku byla tato hodnota $609 \text{ nm} \pm 62 \text{ nm}$.

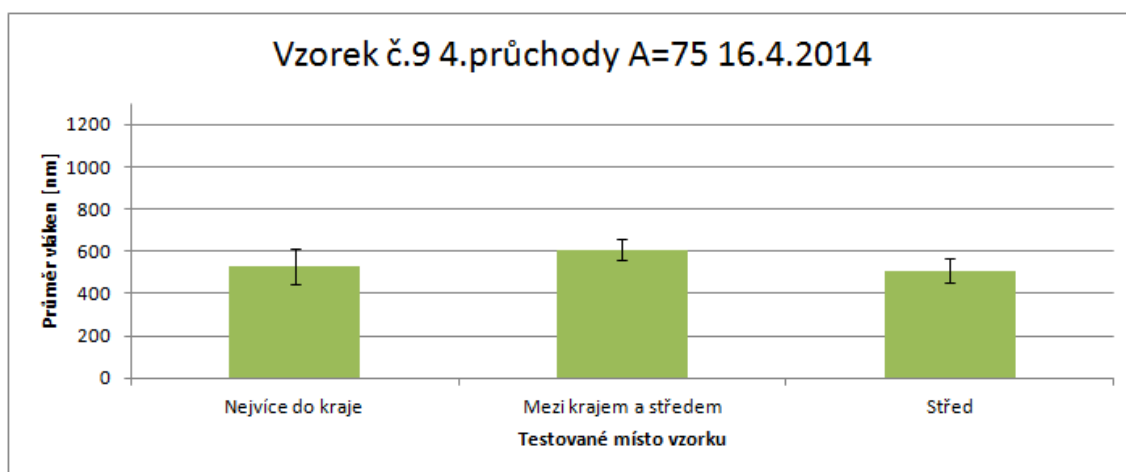


Vzorek č. 8 rovněž vznikl při třetí sérii. Vzorek č. 8 má hodnoty uvedeny v grafu na níže uvedeném obrázku. V místě nejvíce do kraje byla průměrná hodnota $610 \text{ nm} \pm 46 \text{ nm}$. V místě mezi krajem a středem hodnota znovu poklesla a v tomto místě byla stanovena na $457 \text{ nm} \pm 41 \text{ nm}$. Ve středu vzorku byla hodnota oproti místu mezi krajem a středem nižší. V tomto místě byla $422 \text{ nm} \pm 41 \text{ nm}$.

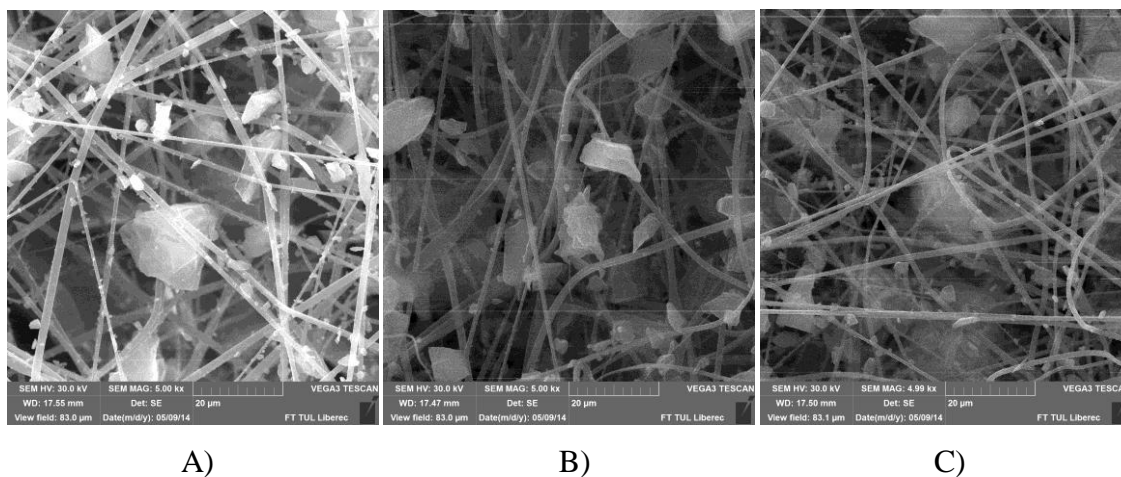


Vzorek č. 9

Vzorek č. 9 je posledním vzorkem vyrobeným při třetí sérii. U tohoto vzorku jsou průměrné hodnoty zobrazeny v grafu na obrázku. V místě nejvíce do kraje byl průměr vláken $530 \text{ nm} \pm 86 \text{ nm}$. V místě mezi krajem a středem vzorku byl průměr vláken stanoven na $606 \text{ nm} \pm 49 \text{ nm}$. Ve středu vzorku byl průměr vláken $509 \text{ nm} \pm 58 \text{ nm}$.



Graf středních hodnot průměrů vláken vzorku č. 8.

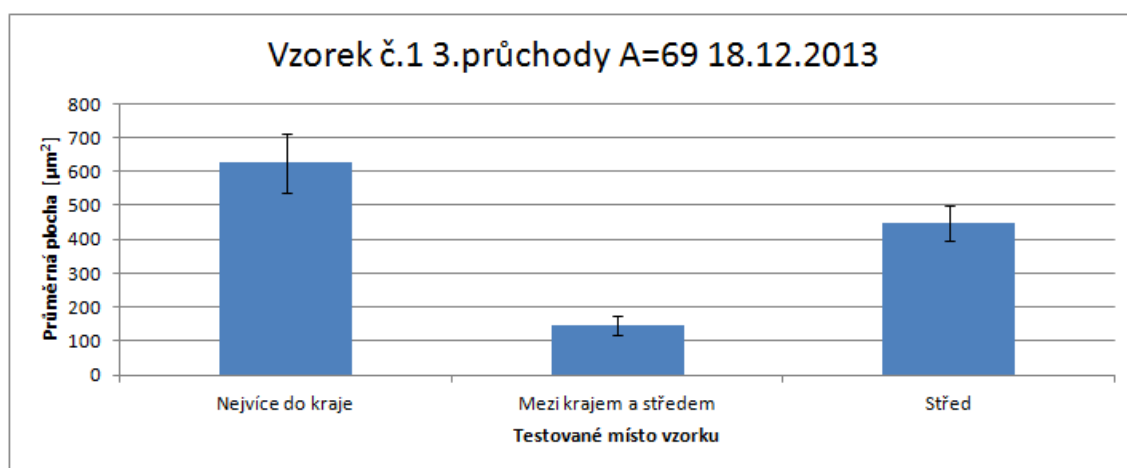


Snímky vláken a aktivního uhlí vzorku č. 9. A) Snímek z místa nejvíce do kraje. B) Snímek z místa mezi krajem a středem, C) Snímek ze středu vzorku. Všechny snímky mají měřítko $20 \mu\text{m}$.

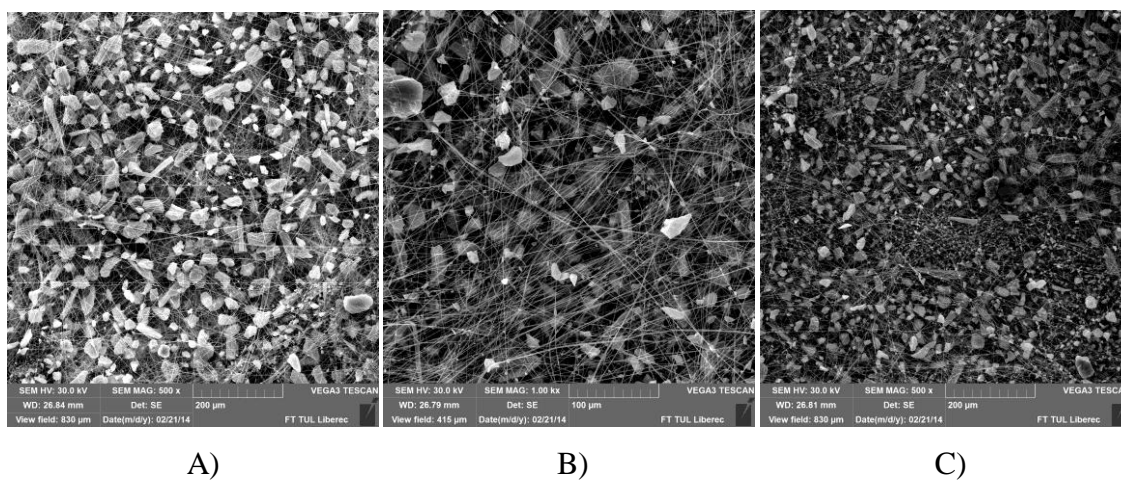
Příloha č. 2: Střední hodnota plochy částic aktivního uhlí všech vzorků.

Vzorek č. 1

Získaná data plochy aktivního uhlí u vzorku č. 1 jsou znázorněna v grafu na obrázku. Získaná data ukazují, že největší plochu aktivního uhlí měla část nejvíce do kraje, kde plocha byla stanovena na $625 \mu\text{m}^2 \pm 88 \mu\text{m}^2$, velikost lze pozorovat na obrázku A. V porovnání s místy mezi krajem a středem, kde plocha znázorněna na obrázku B, byla $146 \mu\text{m}^2 \pm 28 \mu\text{m}^2$, a středem vzorku, na obrázku C, u kterého plocha byla $449 \mu\text{m}^2 \pm 52 \mu\text{m}^2$, je velikost aktivního uhlí v části nejvíce do kraje mnohem vyšší.



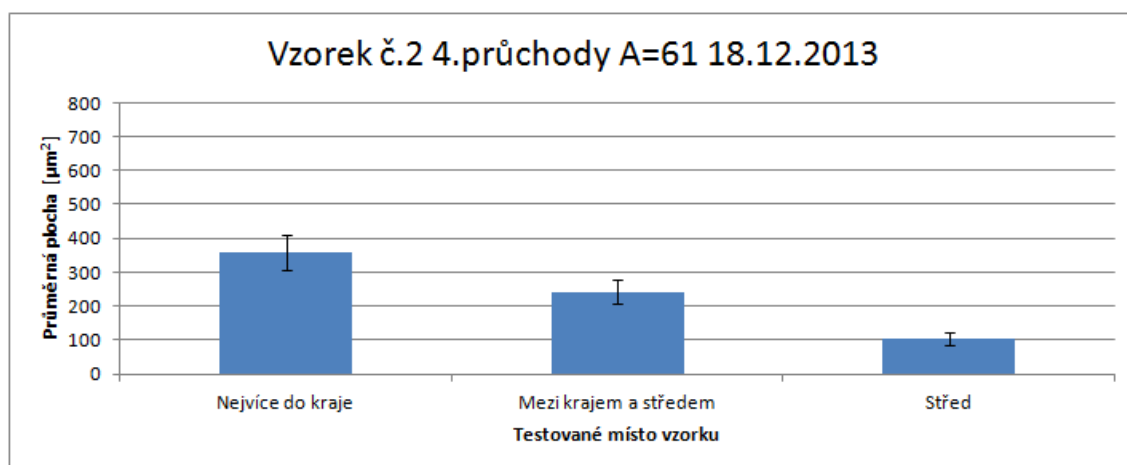
Graf plochy aktivního uhlí u vzorku č. 1.



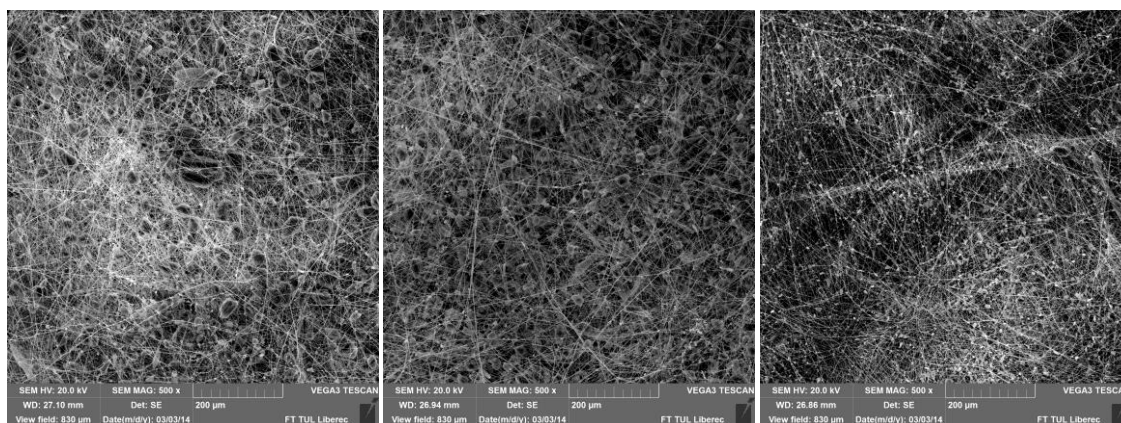
Snímky zachytávající vlákna a aktivní uhlí. A) Vzorek nejvíce do kraje. B) Vzorek mezi krajem a středem. C) Střed. Všechny snímky mají měřítko $200 \mu\text{m}$.

Vzorek č. 2

U vzorku č. 2 byla změřena plocha v místě nejvíce do kraje z obrázku A na $357 \mu\text{m}^2 \pm 51 \mu\text{m}^2$. V místě mezi krajem a středem byla plocha znázorněna na obrázku B stanovena na $243 \mu\text{m}^2 \pm 34 \mu\text{m}^2$, ve středu vzorku na obrázku C plocha činila $104 \mu\text{m}^2 \pm 20 \mu\text{m}^2$. Z grafu na obrázku lze pozorovat, že hodnoty velikosti částí klesají od místa nejvíce do kraje směrem ke středu vzorku.



Graf, kde se snižují hodnoty plochy aktivního uhlí od místa nejvíce do kraje ke středu vzorku.



A)

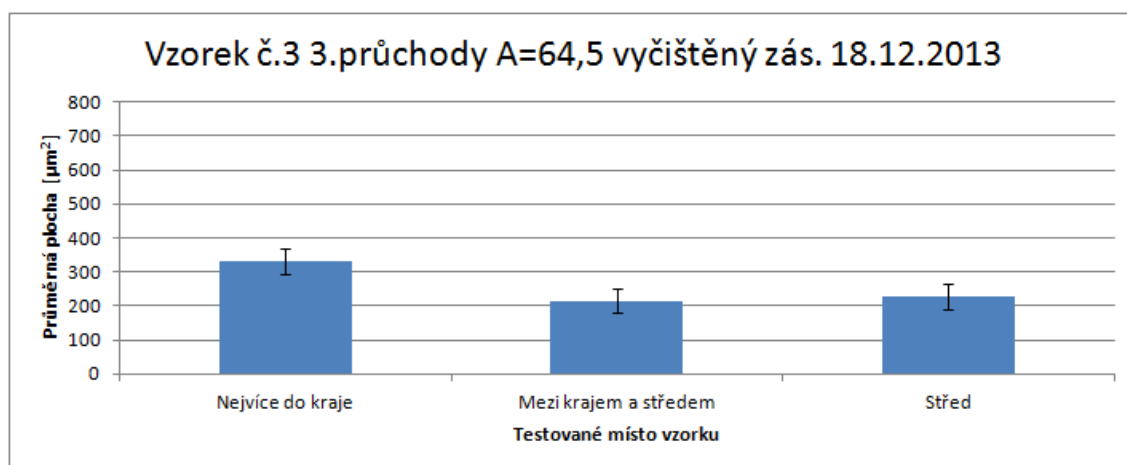
B)

C)

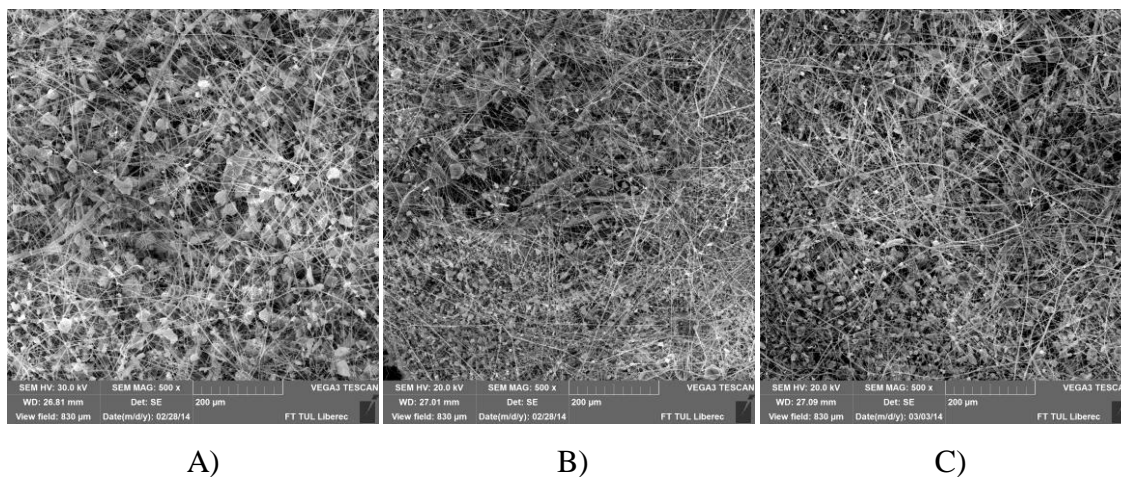
Znázorněné klesání velikosti částic vzorku č. 2. A) Místo nejvíce do kraje. B) Místo mezi krajem a střed. C) Střed vzorku. Všechny snímky mají měřítko 200 μm .

Vzorek č. 3

U vzorku č. 3 lze z grafu na obrázku pozorovat menší vychýlení velikosti plochy aktivního uhlí v místě nejvíce do kraje, kde plocha aktivního uhlí byla $331 \mu\text{m}^2 \pm 39 \mu\text{m}^2$. V místech mezi krajem a středem a středem vzorku, je plocha aktivního uhlí téměř vyrovnána. V místě mezi krajem a středem činí plocha $216 \mu\text{m}^2 \pm 35 \mu\text{m}^2$ a ve středu vzorku plocha je $228 \mu\text{m}^2 \pm 38 \mu\text{m}^2$.



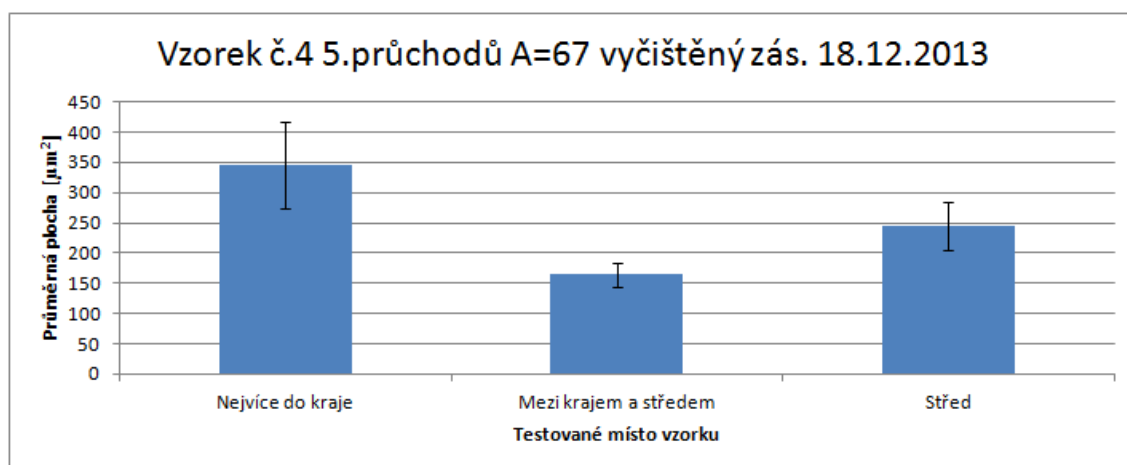
Graf hodnot plochy aktivního uhlí vzorku č. 3.



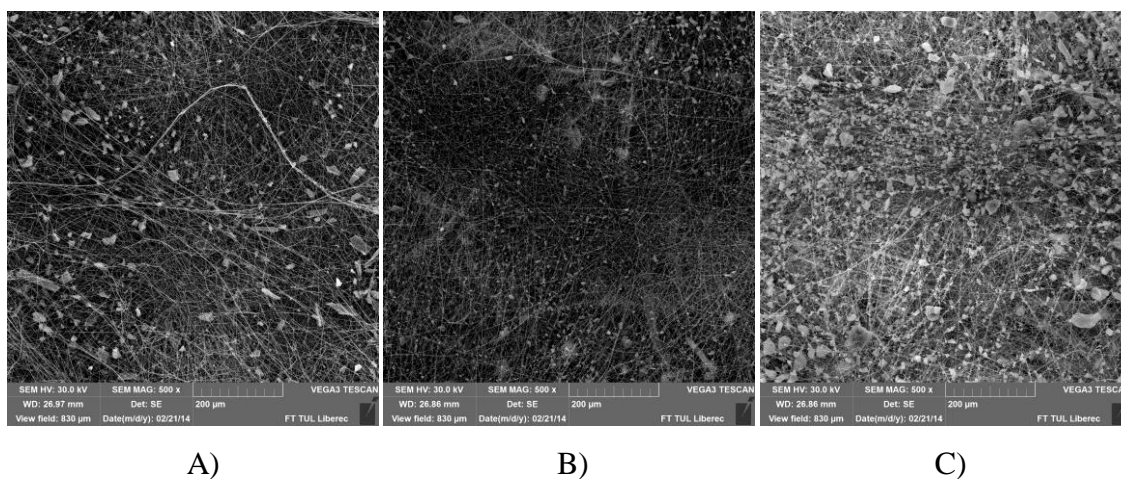
Snímky zachytávající vlákna a částice aktivního uhlí vzorku č. 3. A) Vzorek nejvíce do kraje. B) Vzorek mezi krajem a středem. C) Střed. Všechny snímky mají měřítko $200 \mu\text{m}$.

Vzorek č. 4

Vzorek č. 4 vykazuje hodnoty znázorněny v grafu na obrázku. Hodnoty plochy aktivního uhlí se pohybují v rozmezích, ve kterých se pohybují i hodnoty ze vzorku č. 2 a č. 3. V místě nejvíce do kraje byla hodnota plochy aktivního uhlí $346 \mu\text{m}^2 \pm 72 \mu\text{m}^2$, mezi krajem a středem byla plocha $165 \mu\text{m}^2 \pm 20 \mu\text{m}^2$, a ve středu vzorku $246 \mu\text{m}^2 \pm 40 \mu\text{m}^2$.



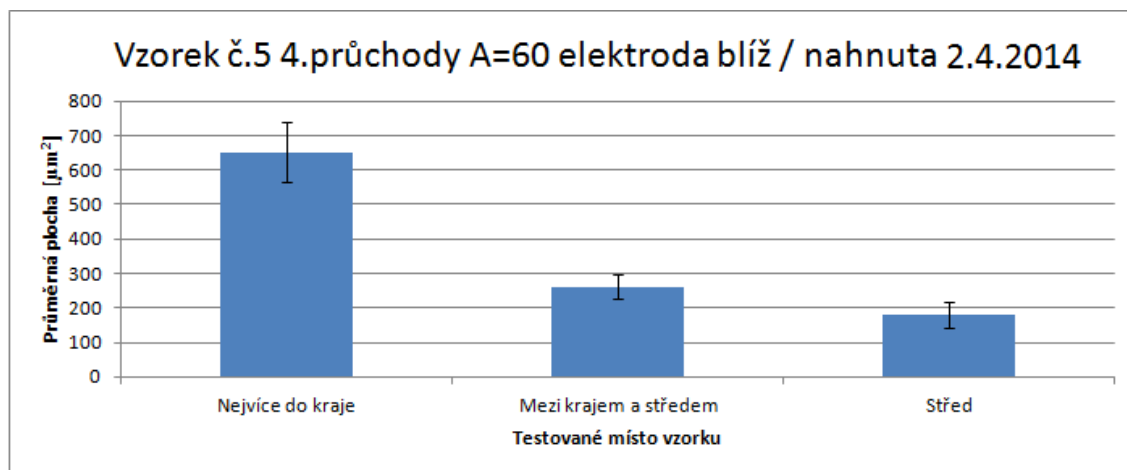
Graf hodnot plochy aktivního uhlí vzorku č. 4.



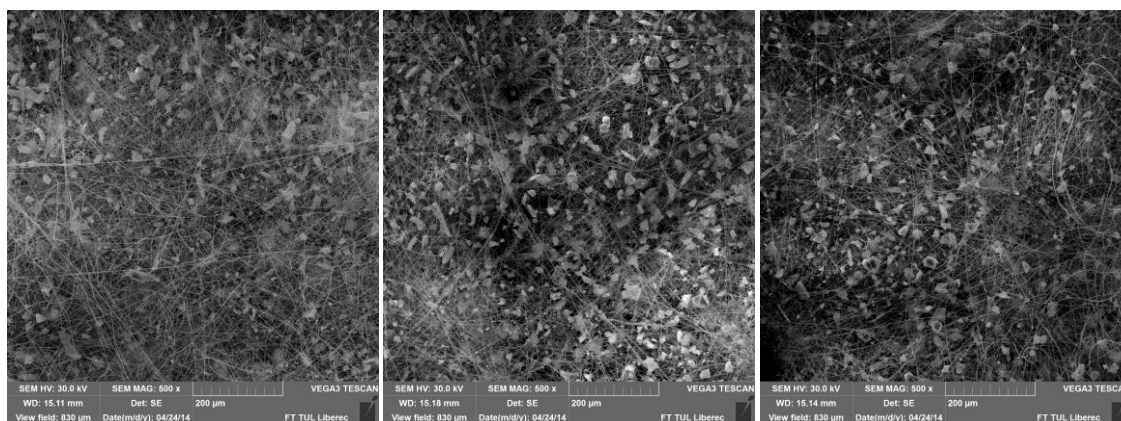
Snímky zachytávající vlákna a částice aktivního uhlí vzorku č. 4. A) Vzorek nejvíce do kraje. B) Vzorek mezi krajem a středem. C) Střed. Všechny snímky mají měřítko $200 \mu\text{m}$.

Vzorek č. 5

Hodnoty vzorku č. 5 jsou v grafu na obrázku. V místě nejvíce do kraje došlo k výkyvu ve velikosti plochy částic. V tomto místě byla plocha aktivního uhlí $651 \mu\text{m}^2 \pm 87 \mu\text{m}^2$. V místě mezi krajem a středem byla hodnota plochy aktivního uhlí $262 \mu\text{m}^2 \pm 36 \mu\text{m}^2$. Ve středu vzorku tato hodnota byla $179 \mu\text{m}^2 \pm 37 \mu\text{m}^2$.



Graf hodnot plochy aktivního uhlí vzorku č. 5.



A)

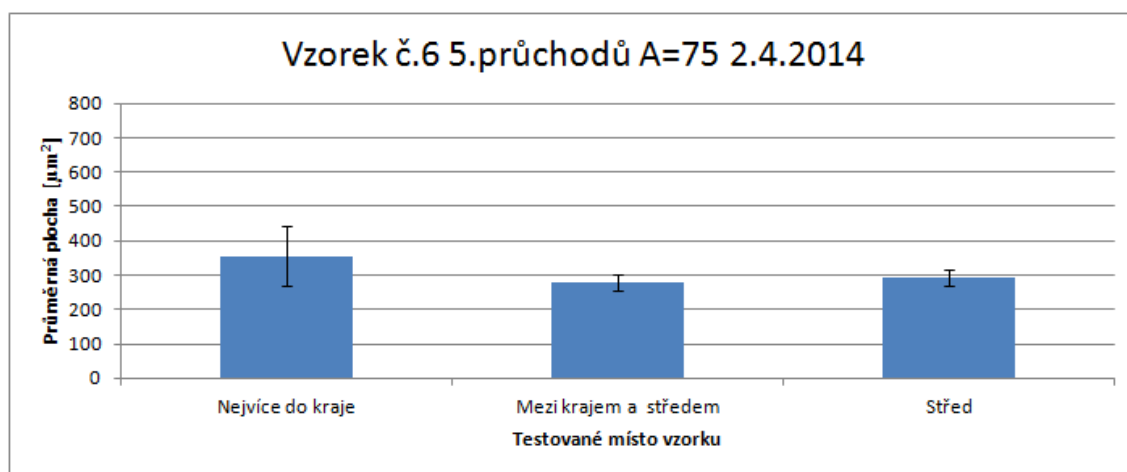
B)

C)

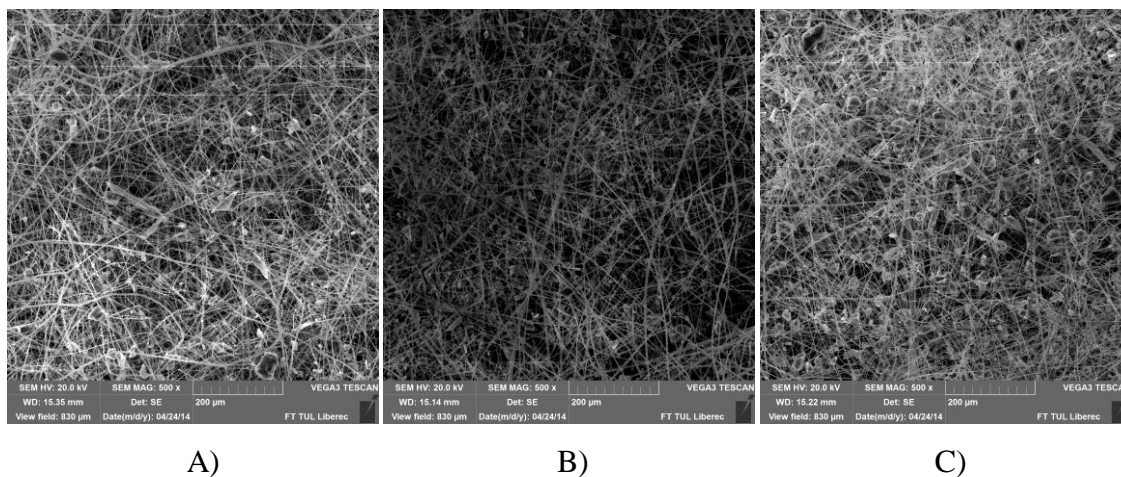
Snímky zachytávající vlákna a částice aktivního uhlí vzorku č. 5. A) Vzorek nejvíce do kraje. B) Vzorek mezi krajem a středem. C) Střed. Všechny snímky mají měřítko 200 μm .

Vzorek č. 6

Naměřené hodnoty plochy aktivního uhlí vzorku č. 6 jsou v grafu na obrázku níže uvedeném. U tohoto vzorku jsou hodnoty plochy částic aktivního uhlí celkem vyrovnané. V místě nejvíce do kraje byla plocha $356 \mu\text{m}^2 \pm 85 \mu\text{m}^2$. V místě mezi krajem a středem byla plocha částic $280 \mu\text{m}^2 \pm 24 \mu\text{m}^2$. Ve středu vzorku tato hodnota byla $293 \mu\text{m}^2 \pm 24 \mu\text{m}^2$.



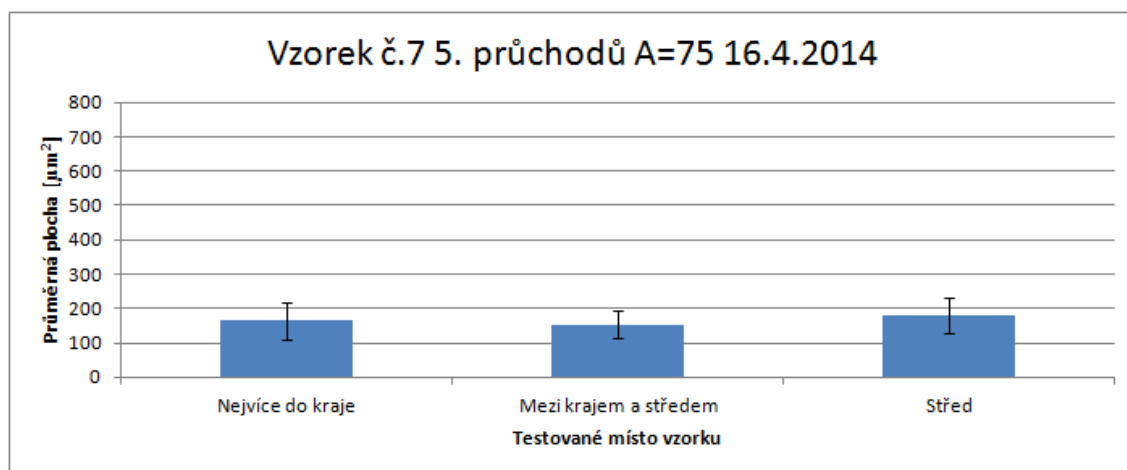
Graf plochy aktivního uhlí vzorku č. 6.



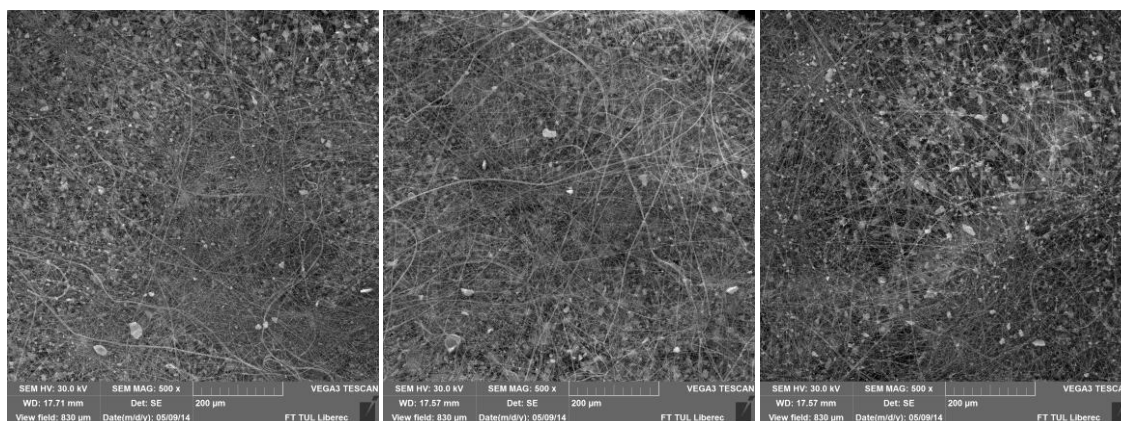
Snímky zachytávající vlákna a částice aktivního uhlí vzorku č. 6. A) Vzorek nejvíce do kraje. B) Vzorek mezi krajem a středem. C) Střed. Všechny snímky mají měřítko 200 μm .

Vzorek č. 7

Z hodnot grafu na obrázku vzorku č. 7 lze pozorovat nízkou velikost částic. V místě nejvíce do kraje byla průměrná velikost částic pouze $164 \mu\text{m}^2 \pm 54 \mu\text{m}^2$. V místě mezi krajem a středem byla střední hodnota $154 \mu\text{m}^2 \pm 39 \mu\text{m}^2$. Ve středu vzorku byla střední hodnota $181 \mu\text{m}^2 \pm 51 \mu\text{m}^2$.



Graf plochy aktivního uhlí vzorku č. 7.



A)

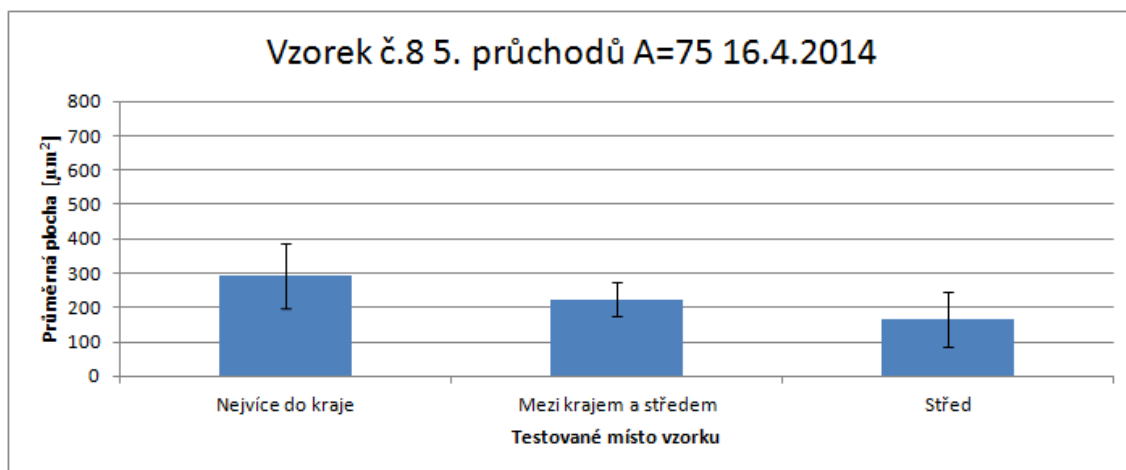
B)

C)

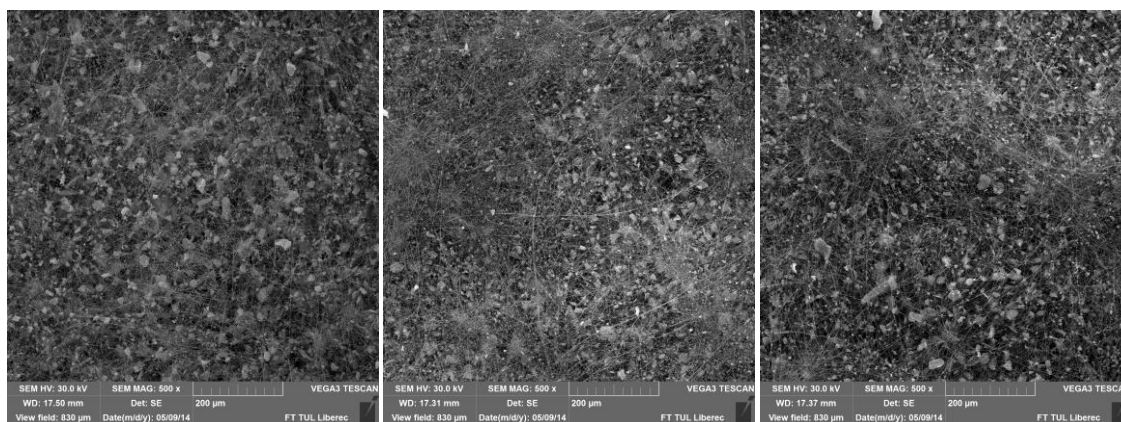
Snímky zachytávající vlákna a částice aktivního uhlí vzorku č. 7. A) Vzorek nejvíce do kraje. B) Vzorek mezi krajem a středem. C) Střed. Všechny snímky mají měřítko 200 μm .

Vzorek č. 8

U tohoto vzorku v místě nejvíce do kraje byla stanovena průměrná hodnoty na $295 \mu\text{m}^2 \pm 94 \mu\text{m}^2$. V místě mezi krajem a středem byla střední hodnota $223 \mu\text{m}^2 \pm 49 \mu\text{m}^2$ a ve středu vzorku tato hodnota byla $167 \mu\text{m}^2 \pm 80 \mu\text{m}^2$.



Graf plochy aktivního uhlí vzorku č. 8.



A)

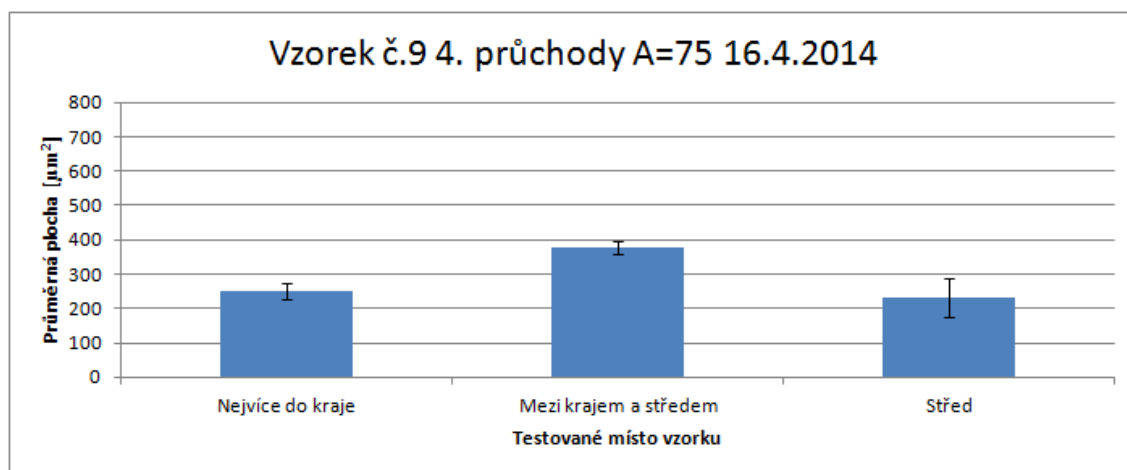
B)

C)

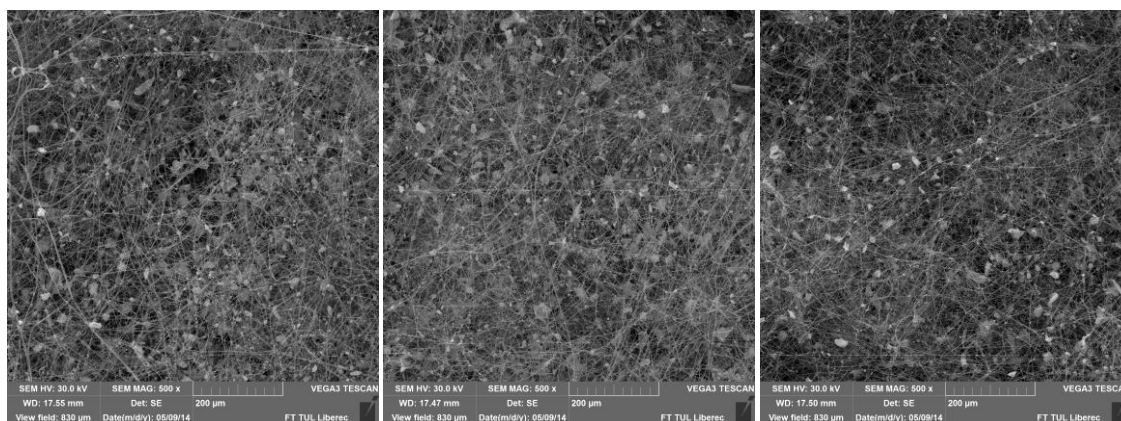
Snímky zachytávající vlákna a částice aktivního uhlí vzorku č. 8. A) Vzorek nejvíce do kraje. B) Vzorek mezi krajem a středem. C) Střed. Všechny snímky mají měřítko 200 μm .

Vzorek č. 9

V místě nejvíce do kraje byla plocha aktivního uhlí $250 \mu\text{m}^2 \pm 24 \mu\text{m}^2$. V místě mezi krajem a středem došlo k menšímu výkyvu ve velikosti plochy částic. V tomto místě byla hodnota plochy aktivního uhlí $379 \mu\text{m}^2 \pm 18 \mu\text{m}^2$. Ve středu vzorku tato hodnota byla $232 \mu\text{m}^2 \pm 56 \mu\text{m}^2$.



Graf plochy aktivního uhlí vzorku č. 9.



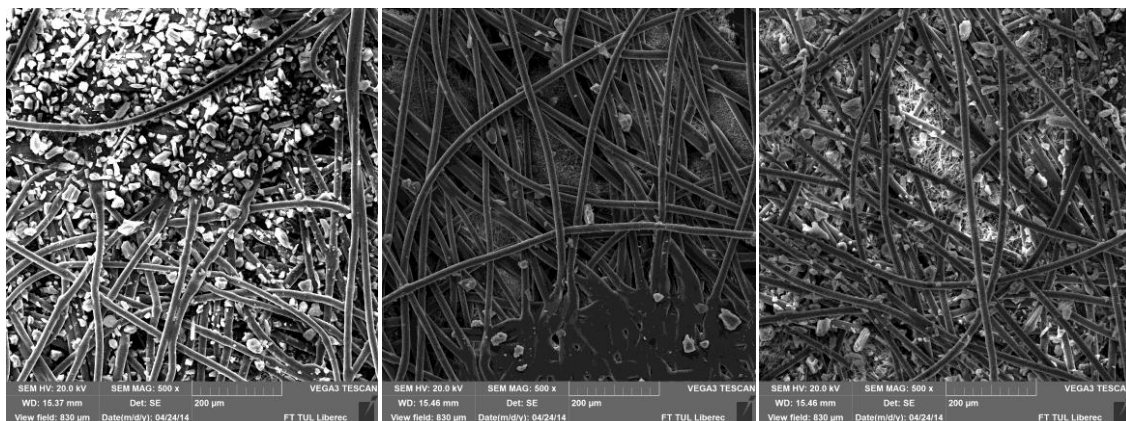
A)

B)

C)

Snímky zachytávající vlákna a částice aktivního uhlí vzorku č. 9. A) Vzorek nejvíce do kraje. B) Vzorek mezi krajem a středem. C) Střed. Všechny snímky mají měřítko 200 μm .

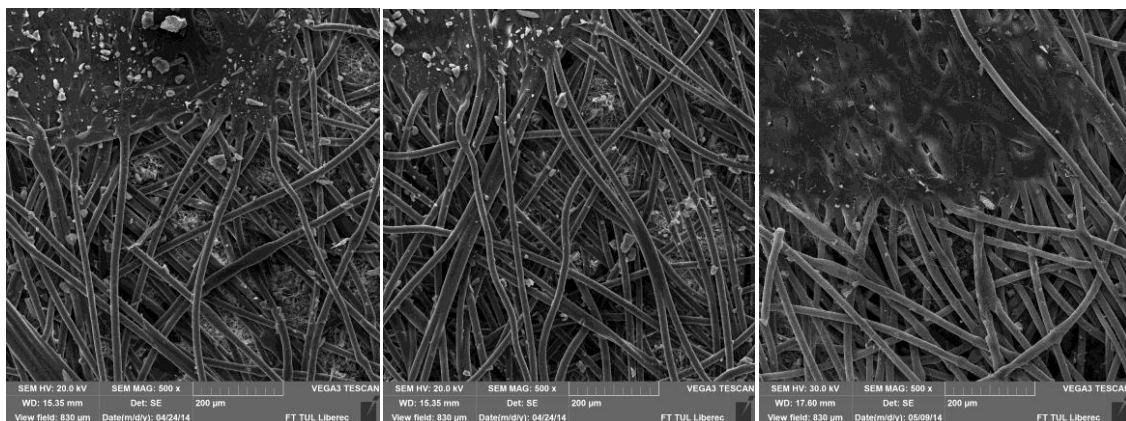
Příloha č. 3: Zalamínované snímky všech vzorků



A)

B)

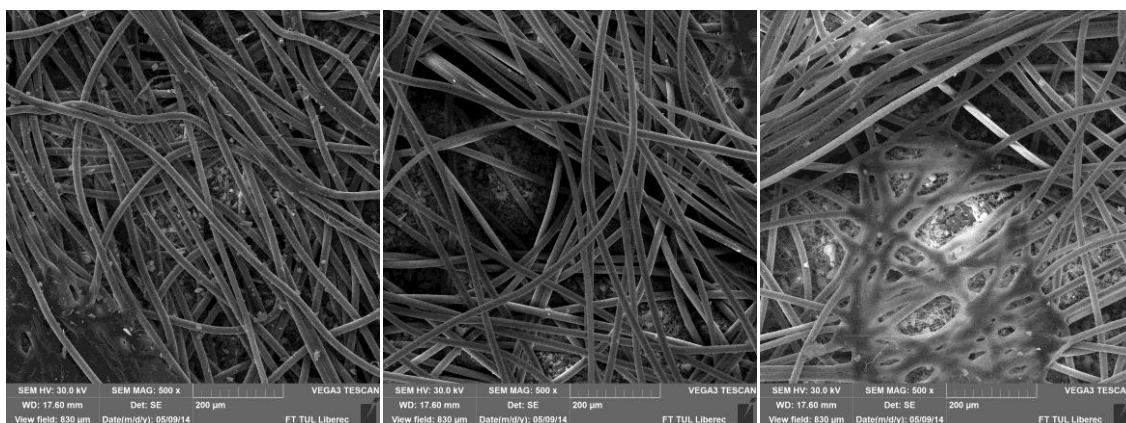
C)



D)

E)

F)



G)

H)

I)

Zalamínované vzorky. A) Vzorek č.1. B) Vzorek č. 2. C) Vzorek č. 3. D) Vzorek č. 4. E) Vzorek č. 5. F) Vzorek č. 6. G) Vzorek č.. 7. H) Vzorek č. 8. I) Vzorek č. 9. Všechny snímky mají měřítko 200 µm.